



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA



"POR MI PATRIA Y POR MI BIEN"

TESIS

"SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS CATALÍTICAS DE FOSFATOS DE Fe-Ni PARA SU APLICACIÓN EN LA HIDRÓLISIS ÁCIDA DEL SARGAZO"

Que para obtener el Grado de
Maestra en Ciencias en Ingeniería Química

Presenta

Ing. Salma Luz Torres Mar

G15071874

CVU 1185791

Director de Tesis

Dr. José Aarón Melo Banda

CVU 21838

Co-director de Tesis

Dr. Oscar Morelos Santos

Cd. Madero, Tamaulipas

Diciembre 2024

Ciudad Madero, Tamaulipas, 14/junio/2024

OFICIO No.: U.093/2024
ASUNTO: Autorización de impresión de tesis

C. SALMA LUZ TORRES MAR
No. DE CONTROL G15071874
P R E S E N T E

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su Examen de Grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

"SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS CATALÍTICAS DE FOSFATOS DE Fe-Ni PARA SU APLICACIÓN EN LA HIDRÓLISIS ÁCIDA DEL SARGAZO"

El Jurado está integrado por los siguientes catedráticos:

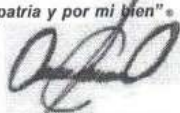
PRESIDENTE:	DR.	JOSÉ AARÓN MELO BANDA
SECRETARIO:	DR.	OSCAR MORELOS SANTOS
VOCAL:	DRA.	REBECA SILVA RODRIGO
SUPLENTE:	DRA.	NANCY PATRICIA DÍAZ ZAVALA
DIRECTOR DE TESIS:	DR.	JOSÉ AARÓN MELO BANDA
CO-DIRECTOR:	DR.	OSCAR MORELOS SANTOS

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®

"Por mi patria y por mi bien"



MARCO ANTONIO CORONEL GARCÍA
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN



c.c.p.- Archivo

MACG/NPDZ



Av. 1ª de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos C.P. 89440 Cd. Madero, Tam.
Tel. 01 (833) 357 48 20, ext. 3110, e-mail: depi_cdmadero@tecnm.mx
tecnm.mx | cdmadero.tecnm.mx



Dedicatoria

Porque de él, y por él, y para él, son todas las cosas. A él sea la gloria por los siglos. Amén. Romanos 11:36.

Con profundo amor y agradecimiento, dedico este logro a Dios, a mi esposo Allan, a mis padres Clara y Ramón, a mi hermana Paola y a mi abuelito Ramón.

Agradecimientos

Le agradezco a Dios por permitirme concluir mis estudios de maestría, por ser mi roca en mis momentos de debilidad y mostrarme su amor a través de esta bonita etapa académica y permitirme alcanzar esta meta que tanto anhelaba.

A mi esposo Allan por todo el apoyo y aliento, por escucharme y acompañarme con amor y paciencia. A mi familia, mis padres Clara y Ramón que toda mi vida han sido mi pilar y que con amor me han formado. A mi mejor amiga, mi hermana Paola por acompañarme y aligerar los momentos difíciles. A mi abuelito Ramón, por enseñarme matemáticas desde que era una niña, con mucho amor y dedicación.

A mi amiga Jema por brindarme su amistad y apoyo desde la licenciatura y después en la maestría, por ser mi compañera de estudio y tareas, a mis compañeros de generación que se volvieron amigos, Ninfa, Rivaldo e Irwin, así como a los compañeros que pertenecen al programa Mich, Guillermo, Vero, Mónica y Clara, por su ayuda cada vez que la necesité.

Al Instituto Tecnológico de Ciudad Madero y Centro de Investigación en Petroquímica, que me abrieron las puertas permitiendo el desarrollo de esta investigación y su financiamiento con clave TECNM 14883.22-P

Al Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, unidad Legaria, del IPN, por su apoyo permitiéndome el uso de sus instalaciones y equipos, así como la realización de diferentes análisis para caracterización de los materiales sintetizados.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONAHCyT) por el apoyo económico otorgado a través de la beca número 1185791.

Agradezco especialmente a mi Co-Asesor el Dr. Oscar Morelos Santos, así como a mi asesor el Dr. José Aarón Melo Banda por su apoyo y dedicación a través de la dirección de este proyecto y por compartir conmigo su experiencia y conocimientos.

Al cuerpo de investigadores del ITCM por transmitirme de su conocimiento: Dra. Nancy Patricia Díaz Zavala, Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz, Dra. Rebeca Silva Rodrigo y Dr. Ricardo García Alamilla.

A los investigadores del CICATA Legaria, por su apoyo e instrucción para la realización de las técnicas de caracterización necesarias, así como para el manejo de los equipos de laboratorio, Dr. Benjamín Portales Martínez, Dr. Jesús Vega Moreno, Master Omar Reséndiz Hernández y Master David Perea Santos.

Resumen

El presente trabajo de investigación describe la síntesis y caracterización de nanomateriales de fosfatos de Fe, Ni y FeNi para su aplicación como catalizador en la reacción de hidrólisis ácida del sargazo tipo *fluitans* y *natans* y su aprovechamiento y transformación en productos de valor agregado.

Los nanomateriales fueron sintetizados a través de la descomposición térmica de los precursores organometálicos $\text{Fe}(\text{acac})_3$ y $\text{Ni}(\text{acac})_2$, oleilamina y ácido oleico fueron usados como solventes y estabilizantes y trifenilfosfina como aporte de fósforo. La descomposición térmica es un método químico de síntesis de nanomateriales que es ampliamente usado por su sencillez, condiciones de reacción suaves y bajo costo. La caracterización de los nanomateriales evaluó su tamaño y morfología mediante microscopía SEM y espectroscopía DLS obteniendo diámetros similares en un rango de 20 a 270 nm. La cristalinidad de los nanomateriales se estudió a través de DRX, los picos característicos de la cacoenita se encontraron en el nanocatalizador de fosfato de hierro y fosfato de hierro níquel, en este último se obtuvieron picos asociados al fosfuro de FeNi. El ambiente químico en la superficie fue evaluado mediante espectroscopía XPS, detectando enlaces de tipo P-O, Fe-O y Ni-O. Los grupos funcionales característicos de los agentes estabilizantes fueron observados mediante la espectroscopía FTIR, los cuales fueron encontrados en los tres nanocatalizadores, los enlaces metal-oxígeno también fueron detectados asociados a Fe-O y Ni-O.

Los resultados de las técnicas de caracterización indican que las nanopartículas sintetizadas mediante descomposición térmica pueden ser ampliamente usadas en las reacciones de hidrólisis ácida de la biomasa lignocelulósica ya que el sargazo contiene una gran cantidad de fósforo, lo que ayudaría a mantener a los nanomateriales fosfatados durante la reacción de hidrólisis. Los tres materiales sintetizados presentan un tamaño de partícula se encuentra en escala nanométrica, lo que garantiza una amplia superficie de contacto en la cual los reactivos son transformados a productos. Las nanopartículas de fosfato de FeNi presentaron morfología de nanofibras, su tamaño y forma le dan algunas de las características de mayor importancia en un catalizador.

Abstract

This research describes the Fe, Ni and FeNi phosphate nanomaterials synthesis and characterization for their application as catalysts in the acid hydrolysis reaction of sargassum fluitans and natans and their use and transformation into value-added products.

The nanomaterials were synthesized through the thermal decomposition of the organometallic precursors $\text{Fe}(\text{acac})_3$ and $\text{Ni}(\text{acac})_2$, oleylamine and oleic acid were used as solvents and stabilizers and triphenylphosphine. Thermal decomposition is a chemical method for the synthesis of nanomaterials that is widely used due to its simplicity, mild reaction conditions and low cost. The nanomaterials characterization evaluated their size and morphology by SEM microscopy and DLS spectroscopy, obtaining similar diameters in a range of 20 to 270 nm. The nanomaterials crystallinity was studied by XRD, the cacoenite characteristic peaks were found in the iron phosphate and nickel iron phosphate nanocatalysts, in the latter peaks associated with FeNi phosphide were obtained. The chemical environment on the surface was evaluated by XPS spectroscopy, detecting P-O, Fe-O and Ni-O type bonds. The stabilizing agents characteristic functional groups were observed by FTIR spectroscopy, which were found in the three nanocatalysts, the metal-oxygen bonds were also detected associated with Fe-O and Ni-O.

The characterization techniques results indicate that the nanoparticles synthesized by thermal decomposition can be widely used in acid hydrolysis reactions of lignocellulosic biomass as the sargass contains a large amount of phosphorus, which would help to keep the phosphated nanomaterials during the hydrolysis reaction. The three synthesized materials have a particle size in the nanometric scale, which guarantees a wide contact surface in which the reagents are transformed into products. The FeNi phosphate nanoparticles presented nanofiber morphology, their size and shape give them some of the most important characteristics in a catalyst.

Índice general

Resumen.....	v
Abstract.....	vi
Introducción.....	1
Capítulo 1.- Marco Teórico	3
1.1 Antecedentes-----	3
1.1.1 Síntesis de nanomateriales de Fe, Ni y Fe-Ni mediante el método de descomposición térmica	3
1.1.2 Síntesis de nanomateriales fosforados mediante descomposición térmica	3
1.1.3 Descomposición de biomasa mediante hidrólisis ácida	4
1.2 Nanotecnología-----	5
1.2.1 Métodos físicos	7
1.2.2 Métodos químicos	8
1.3 Biomasa -----	9
1.3.1 Celulosa.....	10
1.3.2 Hemicelulosa.....	11
1.3.3 Lignina	12
1.4 Procesos de transformación de la biomasa-----	13
1.4.1 Hidrólisis ácida.....	13
1.5 Catálisis -----	14
1.5.1 Catálisis heterogénea.....	15
1.6 Sargazo -----	16
Capítulo 2.- Desarrollo experimental	20
2.1 Nanopartículas de fosfatos de Fe, Ni y FeNi-----	20
2.2 Reactivos empleados -----	20
2.3 Síntesis de nanopartículas de fosfato de hierro-----	20
2.4 Síntesis de nanopartículas de fosfato de níquel -----	22
2.5 Síntesis de nanofibras de fosfato de Hierro-Níquel 1:1 -----	23
2.6 Purificación de nanomateriales -----	24
2.7 Técnicas de caracterización -----	26
2.7.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés).	26
2.7.2 Difracción de Rayos X (DRX).	27

2.7.3 Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS)	27
2.7.4 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....	27
2.7.5 Dispersión de luz dinámica (DLS)	28
2.8 Hidrólisis ácida de la biomasa lignocelulósica -----	28
2.8.1 Pretratamiento del sargazo	29
2.8.2 Reacción de hidrólisis ácida del sargazo.....	29
2.8.4 Caracterización de los productos de reacción	31
Capítulo 3.- Resultados	33
3.1 Microscopía electrónica de barrido -----	33
3.2 Difracción de Rayos X (DRX)-----	40
3.3 Espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X (XPS) -----	42
3.4 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) -----	54
3.5 Dispersión de luz dinámica-----	67
Conclusiones.....	70
Bibliografía.....	72
Anexo A Técnicas de caracterización	77
A1. Microscopía electrónica de barrido (MEB) -----	77
A2. Difracción de rayos X (DRX)-----	78
A3. Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS)-----	80
A4. Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier-----	82
A5. Dispersión de luz dinámica -----	84

Índice de figuras

Figura 1.1 Material nanométrico [15].	6
Figura 1.2 Métodos físicos y químicos para la síntesis de nanomateriales [Extraído de la red].	7
Figura 1.3 Celulosa, hemicelulosa y lignina presentes en la biomasa [Extraído de la red].	10
Figura 1.4 Estructura química de la celulosa [Extraído de la red].	11
Figura 1.5 Estructura química de la hemicelulosa [Extraído de la red].	12
Figura 1.6 Estructura química de la lignina [Extraído de la red].	13
Figura 1.7 Mecanismo de reacción para la síntesis de HMF a partir de la hidrólisis de celulosa [3].	14
Figura 1.8 Comparativa entre una reacción catalítica y una no catalítica [28].	15
Figura 1.9 Diferencias morfológicas entre el sargazo tipo <i>fluitans</i> y <i>natans</i> [5].	17
Figura 1.10 Problemática del sargazo en playas del Caribe [30].	19
Figura 2.1 Diagrama de la síntesis de NPs de fosfato de hierro mediante el método de descomposición térmica.	21
Figura 2.2 a) Diagrama de síntesis de NPs de fosfato de níquel, b) Síntesis después de la primera etapa de calentamiento, c) Síntesis después de la segunda etapa de calentamiento.	23
Figura 2.3 Diagrama de síntesis de nanopartículas de fosfato de FeNi.	24
Figura 2.4 Purificación de NPs de fosfato de hierro.	25
Figura 2.5 Equipos empleados en la purificación de los nanomateriales, a) baño ultrasónico y b) centrífuga.	26
Figura 2.6 Reacción catalítica de hidrólisis ácida del sargazo.	30
Figura 3.1 Representación de los agentes estabilizantes en la superficie de los nanomateriales [32].	33
Figura 3.2a y b micrografías de NPs de fosfato de Fe. 3.2c Histograma de NPs de fosfato de Fe.	35
Figura 3.3 Imagen SEM de NPs de fosfato de Ni.	36
Figura 3.4a Imagen SEM de NPs de fosfato de FeNi. 3.4b Histograma de NPs de fosfato de FeNi	38
Figura 3.5 Imagen SEM de NPs de fosfato de FeNi.	39
Figura 3.6 Difractograma de NPs de fosfato de Fe.	40
Figura 3.7 Difractograma de NPs de fosfato de FeNi.	41

Figura 3.8 Espectro XPS de las NPs de fosfato de Fe. -----	43
Figura 3.9 Espectro XPS del Fe 2p de las NPs de fosfato de Fe. -----	44
Figura 3.10 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de Fe.-----	45
Figura 3.11 Espectro XPS de las NPs de fosfato de Ni. -----	46
Figura 3.12 Espectro XPS del Ni 2p de las NPs de fosfato de Ni. -----	47
Figura 3.13 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de Ni.-----	48
Figura 3.14 Espectro XPS de las NPs de fosfato de FeNi. -----	49
Figura 3.15 Espectro XPS del Fe 2p de las NPs de fosfato de FeNi. -----	50
Figura 3.16 Espectro XPS del Ni 2p de las NPs de fosfato de FeNi. -----	51
Figura 3.17 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de FeNi.-----	52
Figura 3.18. Esquema de síntesis de nanopartículas de Ni y NiO [42] -----	53
Figura 3.19 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Fe en suspensión. -----	54
Figura 3.20 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Fe secas. -----	55
Figura 3.21 Espectro FTIR de a) Fe(acac) ₃ , b) NPs de fosfato de Fe y c) NPs secas de fosfato de Fe.-----	57
Figura 3.22 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Ni en suspensión. -----	58
Figura 3.23 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Ni secas. -----	59
Figura 3.24 Espectro FTIR de a) Ni(acac) ₂ , b) NPs de fosfato de Ni y c) NPs secas de fosfato de Ni -----	61
Figura 3.25 Espectro FTIR a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de FeNi en suspensión. -----	62
Figura 3.26 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO, c) NPs de fosfato de FeNi secas. -----	63
Figura 3.27 Espectro FTIR de a) Fe(acac) ₃ , b) Ni(acac) ₂ , c) NPs de fosfatos de FeNi y c) NPs secas de fosfatos de FeNi-----	66
Figura 3.28 Distribución de diámetro de partícula para las NPs de fosfato de Fe.-----	67
Figura 3.29 Distribución de diámetro de partícula de las NPs de fosfato de Ni. -----	68
Figura 3.30 Distribución de diámetro para las NPs de fosfato de FeNi.-----	69

Índice de tablas

Tabla 1.1 Propiedades proximales (%) del sargazo tipo <i>natans</i> y <i>fluitans</i> [5].	17
Tabla 1.2 Diferencias morfológicas entre el sargazo tipo <i>fluitans</i> y <i>natans</i> [5].....	18
Tabla 1.3 Contenido de minerales presentes en la mezcla de los dos tipos de sargazo [5].	18
Tabla 2.1 Descripción de reactivos, marca, pureza y nomenclatura.	20
Tabla 2.2 Materiales y reactivos empleados en la reacción catalítica de hidrólisis ácida.	29
Tabla 2.3 Reacciones realizadas y variación de volumen de los catalizadores.....	31

Introducción

A lo largo de la historia, el ser humano busca satisfacer sus necesidades de todo tipo, con el fin de tener sustento y comodidad en su diario vivir, razón por la que se fabrican dispositivos y productos los cuales son usados a diario y masivamente. La alta demanda de estos a nivel mundial, ha provocado un agotamiento progresivo de los recursos usados como materia prima para fabricarlos. El ejemplo más común es el petróleo, que es mayormente usado para la síntesis de combustibles para transporte terrestre, marítimo y aéreo entre otras aplicaciones y usos. Estos procesos de manufactura son la principal fuente de contaminación ambiental, así como gases de efecto invernadero [1, 2]. Por tal motivo, es necesario buscar alternativas sustentables que nos ayuden a cubrir las necesidades que tenemos como sociedad a través de procesos sustentables amigables con el medio ambiente [3].

Se han hecho estudios y experimentación con biomasa, la cual está presente en toda materia orgánica como madera, hierba, algas, cultivos agrícolas y sus residuos, incluidos algunos desechos animales [4]. Estos materiales son abundantes en la naturaleza y su conversión como fuente energética se debe a que su componente principal son los carbohidratos, los cuales tienen una estructura muy similar a los hidrocarburos; con la diferencia de que contienen una gran cantidad de oxígeno, el cual es removido a través de distintos procesos.

La biomasa está constituida por varios compuestos, destacando principalmente tres: celulosa, hemicelulosa y lignina [3] y a través de un sinnúmero de investigaciones se ha observado que al ser sometidos a procesos catalíticos conducen a su transformación en productos de valor agregado como hidroxi-metil-furfural o ácido levulinico, que funcionan como precursores de productos químicos finos y farmacéuticos, combustibles y polímeros a base de furano, entre muchos otros. Para la obtención de combustibles, por ejemplo, existen tres rutas, las cuales son gasificación, pirólisis y un pretratamiento seguido de hidrólisis. Esta última a través de la catálisis emplea el uso de catalizadores ácidos para sintetizar los productos deseados. Los catalizadores ácidos más comunes son el ácido fosfórico, clorhídrico y sulfúrico, en los cuales es importante lograr una concentración y naturaleza de sitios ácidos para lograr una efectiva conversión de la biomasa [3, 5].

La catálisis estudia la transformación de reactivos en productos de interés haciendo uso de un material que cuenta con la capacidad de disminuir el tiempo en el que ocurre la reacción química mediante la disminución de su energía de activación, energía necesaria para que inicie una reacción. Este material es conocido como catalizador. Distintas investigaciones realizadas a materiales a escala nanométrica, se ha descubierto que tienen grandes aplicaciones en la catálisis debido a sus propiedades, que están en función de su área superficial y volumen. Las nanopartículas de metales como hierro, níquel, plata, oro, paladio, platino, entre otras, han sido usadas en reacciones catalíticas de transformación de la biomasa [6].

En el caribe mexicano y algunos otros países cercanos, desde hace ya más de una década el sargazo representa un problema para los ecosistemas marítimos. El sargazo es un alga marina muy importante porque constituye un hábitat para diversas especies. Existen dos tipos de sargazo, *Sargassum fluitans* y *S. natans*. Cada año el sargazo es arrastrado por las corrientes marinas y el viento lo que provoca su arribo a las costas caribeñas envenenando las playas. El sargazo no se origina en la costa mexicana, sino que proviene del Gran Cinturón de Sargazo del Atlántico, que se extiende casi 9000 km desde el occidente del continente africano hasta el este de Brasil, razón por la cual ha llamado la atención de la comunidad científica y de las autoridades que realizan esfuerzos con el propósito de preservar la flora y fauna marina para disminuir las afectaciones socioeconómicas provocadas por dicha alga [7,8].

Recordemos que la biomasa se puede definir como la materia orgánica presente en desechos animales y plantas, las algas son plantas presentes en ecosistemas acuáticos, gracias a esto podemos definir que el sargazo es biomasa, que como ya se mencionó, está constituida por celulosa, hemicelulosa y lignina, estudiar su transformación a través de reacciones catalíticas impulsadas por la utilización de nanopartículas metálicas es muy interesante por los grandes beneficios que podemos obtener, disminuyendo las afectaciones que provoca al sector turístico y por ende al económico [9].

Capítulo 1.- Marco Teórico

1.1 Antecedentes

1.1.1 Síntesis de nanomateriales de Fe, Ni y Fe-Ni mediante el método de descomposición térmica

Stefanou G. y col., (2014), sintetizaron nanopartículas de Fe-Ni de 4 y 5 nm, mediante las sales organometálicas $\text{Fe}(\text{acac})_3$ y $\text{Ni}(\text{acac})_2$ que fueron mezcladas magnéticamente con oleilamina como estabilizante y polietilenglicol como solvente. La síntesis se llevó a cabo en medio inerte de argón con el fin de inhibir la oxidación. La temperatura inicial fue de 200 °C y más adelante fue elevada a 280 °C. El producto de reacción fue purificado y dispersado en polietilenglicol. Se obtuvieron nanopartículas de 4 nm con una relación molar de Ni:Fe igual a 1:1 y de 5 nm con una relación molar 1:2. [10].

Morelos O., y col. (2021), sintetizaron nanopartículas de magnetita de 6.7 ± 1.4 nm, a través del método de descomposición térmica, el precursor organometálico fue $\text{Fe}(\text{acac})_3$, como agentes estabilizantes, además de fungir como solvente en la reacción se empleó el uso de oleilamina y ácido oleico. La mezcla fue calentada a 200 °C durante 30 min, transcurrido el tiempo establecido, la temperatura se elevó a 265 °C por otros 30 min. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente y finalmente fue purificada mediante lavados con etanol y hexano [11].

1.1.2 Síntesis de nanomateriales fosforados mediante descomposición térmica

Perera S. y col., (2003), sintetizaron nanopartículas de FeP un tamaño promedio de 4.65 ± 0.74 nm por el método de descomposición térmica. Como precursor de hierro se utilizó $\text{Fe}(\text{acac})_3$, el fósforo fue adicionado agregando trifenilfosfina y dodecilamina. El solvente empleado en la síntesis fue trioctilfosfina. La reacción se llevó a cabo con agitación magnética con una temperatura inicial de 100 °C que posteriormente fue elevada en un rango de 240-320 °C, se mantuvo en agitación por 3 días, posteriormente la temperatura fue reducida a 80 °C y se agregó piridina para purificar el material resultante [12].

Yoon K. y col., (2008), obtuvieron nanovarillas de FeNiP de tamaño uniforme de 4 x 16 nm. Se prepararon por separado dos complejos de FeP y NiP. El complejo de FeP se preparó

mezclando $\text{Fe}(\text{CO})_5$ y trioctilfosfina a 130 °C, posteriormente la mezcla fue calentada a 315°C. El complejo de NiP se preparó mezclando $\text{Ni}(\text{acac})_2$ y trioctilfosfina. Posteriormente, 4 ml de la solución de NiP se añadieron al complejo de FeP a 315 °C por 1 min. Por último, la solución se mantuvo a 315 °C durante 2 h, provocando la formación de las nanofibras de FeNiP [13].

Mandel K. y col., (2011), sintetizaron nanopartículas de NiP mediante descomposición térmica. Los reactivos utilizados $\text{Ni}(\text{acac})_2$ como precursor organometálico de níquel, oleilamina como agente estabilizante y trifenilfosfina como fosforante. Todos los reactivos fueron mezclados en medio inerte de argón, calentando a razón de 17 °C/min hasta alcanzar los 220 °C, esta temperatura se mantuvo durante 10 min. La mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente. Por último, las nanopartículas fueron purificadas por centrifugación usando etanol y redispersadas con ciclohexano [14].

1.1.3 Descomposición de biomasa mediante hidrólisis ácida

Dhepe P. y Sahu R., (2010), estudiaron la conversión de hemicelulosa, extraída de madera blanda y dura, mediante hidrólisis ácida empleando catalizadores sólidos; zeolitas y óxidos metálicos. La reacción se llevó a cabo en un reactor autoclave usando agua como solvente a 170 °C por 3 h. Se reportó el rendimiento de la mezcla xilosa + arabinosa para cada catalizador. La zeolita tipo 1, obtuvo un rendimiento de 41%, mientras que las zeolitas tipo 2, 3 y 4 obtuvieron un rendimiento de entre 20 y 30 %. El rendimiento asociado a los óxidos metálicos $\lambda\text{-Al}_2\text{O}_3$ y Nb_2O_5 , fue del 20%. Finalmente, la zirconia sulfatada tuvo un rendimiento de 19% [15].

Chandler C. y col., (2012), obtuvieron azúcares fermentables tales como furfural, hidroximetil-furfural, ácido acético y compuestos fenólicos a través de la hidrólisis ácida diluida en dos etapas del bagazo de caña de azúcar. La reacción se llevó a cabo en un reactor autoclave, se añadió ácido sulfúrico como medio ácido y una relación líquido-sólido 15:1. la primera etapa de hidrólisis se llevó a cabo a temperatura de entre 100 a 160 °C y tiempo de 3 min, mientras que para la segunda etapa se emplearon dos temperaturas, 160 y 180°C durante 3 min [16].

Li X. y col., (2012), estudiaron la descomposición de celulosa por hidrólisis ácida empleando ácido fosfotúngstico ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$) concentrado como catalizador heterogéneo. La reacción se llevó a cabo bajo irradiación con microondas a 100 °C. Se empleó una concentración de ácido de 88%, la reacción se llevó a cabo a 100 °C durante 2 h. La conversión de celulosa fue de 98.4%. Se observó la formación de polisacáridos tales como 5-hidroxi-metil-furfural y furfural, lo que provocó un bajo rendimiento de glucosa. Se analizó la recuperación del ácido mediante extracción empleando éter dietílico, se corrieron 5 reacciones más bajo las mismas condiciones de hidrólisis, demostrando que el ácido fosfotúngstico se puede recuperar sin pérdidas de peso significativas [17].

Cieza R. y col., (2018), a través de la hidrólisis ácida de cáscara de papa lograron producir azúcares reductores. La cáscara de papa recibió un pretratamiento de secado y triturado para posteriormente ser impregnada mediante agitación con ácido sulfúrico bajo una relación sólido-líquido de 1:8, 100 mg de ácido/g de material. Se usaron 40 ml de agua como solvente que, junto al ácido y el material seco, se colocaron en un reactor autoclave por 17 minutos a 120°C. Por último, se centrifugó para separar el material sólido [18].

Puc N. (2021), obtuvieron azúcares totales mediante la hidrólisis ácida del sargazo. Se usó el ácido sulfúrico como catalizador a diferentes concentraciones (0.5 – 2 M), a una temperatura de 100 °C y tiempos experimentales de 30 a 120 min. La mezcla de reacción pasó por un proceso de detoxificación y finalmente la fermentación para transformar los azúcares producidos en bioetanol y dióxido de carbono. Por último, se realizó una destilación simple para separar los residuos de agua del bioetanol producido [5].

1.2 Nanotecnología

La nanotecnología es una serie de técnicas que operan con componentes a nanoescala, involucra la investigación y descubrimiento de propiedades de materiales de tamaños de 1 a 100 nanómetros, estructuras de la materia con dimensiones de orden de una milmillonésima parte del metro que son imperceptibles para la vista y como estos materiales son aplicados en distintas áreas de la ciencia [19]. La figura 1.1 muestra una imagen tomada por un microscopio electrónico de alta resolución en la que se observa material nanométrico [11].

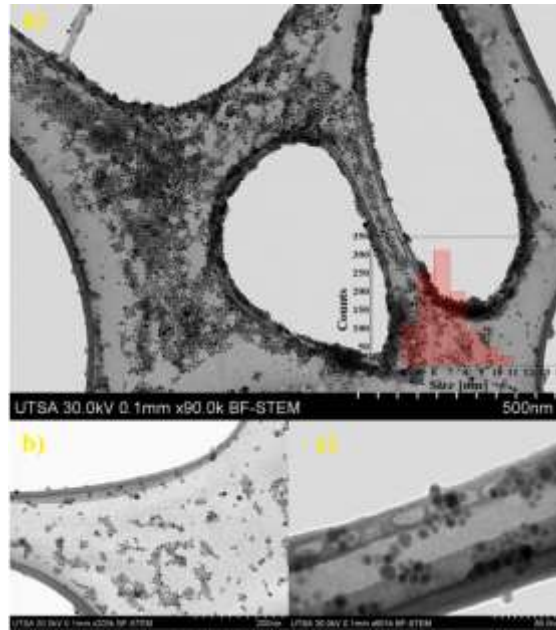


Figura 1.1 Material nanométrico [15].

Los métodos de síntesis de nanopartículas se clasifican de dos maneras, métodos físicos, llamados “de arriba hacia abajo” o en inglés “top-down” y métodos químicos llamados “de abajo hacia arriba” o en inglés “bottom-up”. La diferencia entre estos radica en la forma general en la que las nanopartículas son obtenidas [19]. En la figura 1.2 podemos observar un esquema general de las diferencias entre los métodos físicos y químicos.

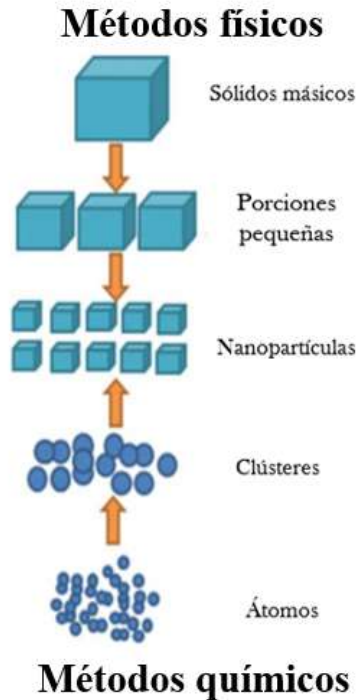


Figura 1.2 Métodos físicos y químicos para la síntesis de nanomateriales [Extraído de la red].

1.2.1 Métodos físicos

Los métodos físicos únicamente operan dividiendo sólidos másicos en porciones cada vez más pequeñas, hasta obtener un tamaño nanométrico aplicando técnicas como la molienda, métodos químicos y la conversión de un sólido en sus componentes volátiles mediante la evaporación y posteriormente la condensación de dichos componentes volátiles [19]. Algunos de los ejemplos más comunes son:

- *Evaporación térmica:* El material que se quiere depositar el cual es sometido a una etapa de calentamiento hasta su evaporación, esto ocurre en una cámara de vacío en la que el vapor entra en contacto directo con una lámina fría lo que provoca su condensación. Es muy importante el monitoreo y control de las condiciones de crecimiento para evitar cambios morfológicos en la capa depositada [19].
- *Depósito químico en fase vapor:* Toma lugar dentro de una cámara de vacío en la cual uno o más compuestos volátiles se descomponen cuando están en contacto o cerca de la

superficie de un sólido promoviendo así la formación de nanopartículas o bien películas muy delgadas [19].

- *La preparación de clusters gaseosos:* Emplea un láser pulsante de gran potencia para generar vapores de átomos metálicos, los cuales se transportan en un gas inerte y, después, se depositan en un sustrato como un óxido monocristalino o similar, en un ambiente de ultra-alto vacío [19].
- *La molienda:* el material es pulverizado cuando pasa a través de molinos de alta eficiencia que producen el choque de partículas con las paredes del molino y entre si resultando en la reducción de su tamaño, finalmente las partículas de tamaño nanométrico son recuperadas gracias a su clasificación por métodos físicos [19].

1.2.2 Métodos químicos

Los métodos químicos, generalmente comienzan con la reducción de iones metálicos en átomos metálicos. Este enfoque es apropiado cuando se busca obtener nanopartículas de morfología uniforme y diámetro de partícula pequeño. Entre los métodos más significativos destacan:

- *Descomposición térmica:* consiste en descomponer compuestos organometálicos, mediante temperaturas de reacción altas, se descomponen térmicamente disueltos en una mezcla de surfactantes, evitando así la aglomeración del material sintetizado y un disolvente polar. De esta forma se obtienen nanopartículas monodispersas de alta cristalinidad [19].

Lo interesante de esta técnica es que, para controlar el tamaño, la distribución y la morfología de las nanopartículas, es precisa la elección del precursor organometálico y las temperaturas de reacción [19].

- *Irradiación con microondas:* Este método se lleva a cabo por la disolución de sales metálicas precursoras o del óxido a preparar, un agente reductor y un estabilizante en una fase continua o dispersante. Este último puede jugar un papel de reductor de estabilizante o ambos. La variación de la concentración de los reactantes, de los agentes reductor y estabilizante e incluso la elección del dispersante juegan un papel fundamental en las propiedades de las nanopartículas a obtener, tales como su tamaño, la distribución de tamaños y morfología [19].

- *Sol-Gel*: El método sol-gel es un proceso químico en fase húmeda ampliamente utilizado en la ciencia de los materiales y la producción de nanomateriales. Su principio se basa en una solución química o sol que sirve como precursor para la creación de una estructura interconectada, ya sea de partículas individuales o una red de polímeros. Los precursores comunes en el proceso sol-gel son los alcóxidos metálicos y los cloruros metálicos, que experimentan múltiples reacciones de hidrólisis y policondensación para dar lugar a una suspensión coloidal. Posteriormente, mediante una polimerización lenta, se forma un gel. [19, 20].

1.3 Biomasa

Podemos definir el término biomasa como todo material orgánico de origen biológico como madera, hierba, algas, cultivos agrícolas y sus residuos y desechos, incluidos algunos desechos animales, entre otros. La biomasa es realmente abundante en la naturaleza, lo que representa un gran beneficio ya que puede utilizarse como fuente de energía en procesos amigables con el medio ambiente [3]. Sus tres componentes principales son la celulosa, hemicelulosa y lignina y en una menor proporción se encuentra la humedad, la materia inorgánica no extraíble y los extraíbles (no estructurales).

La lignocelulosa es un término usado para describir la biomasa vegetal, proveniente de algas, pasto, madera, etc. la mayor parte de los desechos del procesamiento de alimentos son de naturaleza lignocelulósica, una cifra estimada a nivel mundial que podría alcanzar hasta 1.300 millones de toneladas anualmente. La biomasa está compuesta por celulosa (35-50%), hemicelulosa (20-25%) y lignina (15-20%) [4]. El material lignocelulósico puede ser transformado en intermediarios de reacción de biocombustibles, a través de tratamientos físicos, térmicos, químicos y biológicos [3].

Algunos ejemplos de los intermediarios que podemos obtener a través de la transformación de la biomasa son compuestos furánicos como hidroxi-metil-furfural (HMF) o furfural [21], por hidrólisis ácida y deshidratación bajo la acción de un catalizador ácido [5, 17].

En la figura 1.3 se representan los tres componentes con mayor presencia en la biomasa; celulosa, en color verde, la hemicelulosa en color café y la lignina en color amarillo.

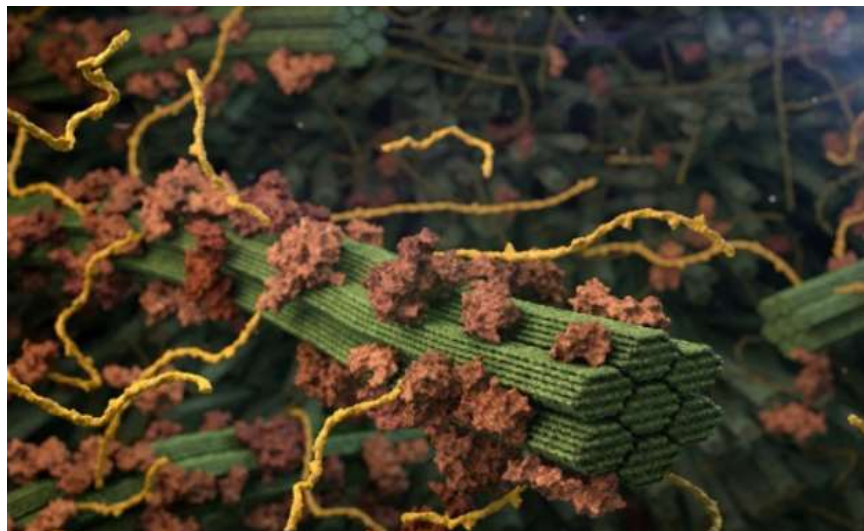


Figura 1.3 Celulosa, hemicelulosa y lignina presentes en la biomasa [Extraído de la red].

La lignina es el componente más complejo y rígido de biomasa con una red aromática tridimensional que proporciona rigidez en la estructura de la planta [22]. De la gran cantidad de biomasa disponible, solo el 3-4% es utilizado por los humanos con fines alimenticios y no alimenticios. Considerando los componentes restantes, especialmente la lignocelulosa, que puede ser considerada como un reemplazo eficaz y de bajo costo para los combustibles fósiles, teniendo así materias primas sustentables para ser empleados en la producción de químicos y productos de interés como combustibles [1, 22].

1.3.1 Celulosa

La celulosa se compone de monosacáridos tipo D-glucosa que están unidos por un enlace glucosídico β -1,4 que a través de reacciones químicas pueden hidrolizarse produciendo azúcares fermentables que al ser sometidos a bioconversión de productos como el bioetanol. Su fórmula condensada es $(C_6H_{10}O_5)_n$ y su peso molecular varía [22].

La celulosa constituye el componente principal de las paredes celulares en la biomasa lignocelulósica y suele ser extremadamente resistente a la degradación por humanos y animales. Por esta razón, se han explorado diversas estrategias para su aprovechamiento, como la generación de energía en forma de bioetanol, biodiesel y biogás. No obstante, obtener monosacáridos a partir de celulosa y hemicelulosa con un alto rendimiento es más

difícil comparado con la extracción de azúcares de cultivos que naturalmente contienen azúcar o almidón, como la caña de azúcar o el maíz. Para la producción de energéticos de segunda y tercera generación, como el bioetanol, es esencial el uso de material lignocelulósico, siendo la glucosa, esencial para la obtención de estos energéticos. La glucosa es uno el monómero de la celulosa y es uno de los monómeros de la hemicelulosa, para obtenerla son necesarios distintos procesos que involucran tratamientos químicos, biológicos, térmicos y físicos. En la figura 1.4. se presenta la estructura química de la celulosa [23].

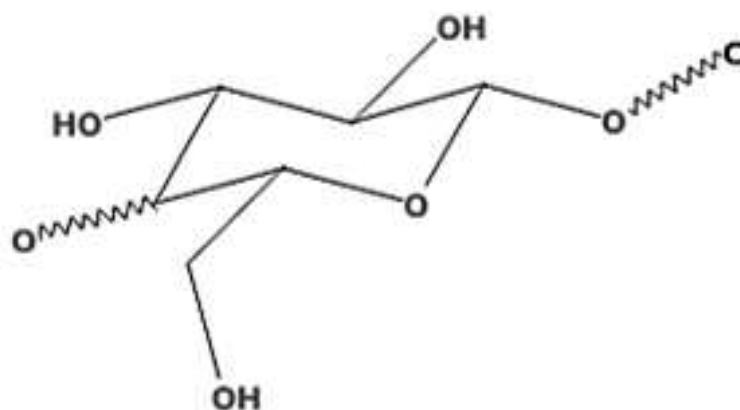


Figura 1.4 Estructura química de la celulosa [Extraído de la red].

1.3.2 Hemicelulosa

La hemicelulosa es un heteropolisacárido ya que se constituye por diferentes de monosacáridos como pentosas, hexosas y ácidos urónicos, los cuales están unidos entre si por enlaces glucosídicos. Generalmente, la hemicelulosa no tiene una estructura definida, por lo que es amorfa. Gracias a las interacciones polisacárido-polisacárido es posible el enlace entre la celulosa y hemicelulosa. Cuando hablamos de biomasa lignocelulósica, la hemicelulosa sobresale debido a que su procesamiento y posterior degradación, da como resultado productos de sumo interés comercial como lo son furfurales e 5- hidroximetilfurfural, que comúnmente son usados como precursores para la obtención de biocombustibles [24]. La estructura química de la hemicelulosa es observada en la figura 1.5.

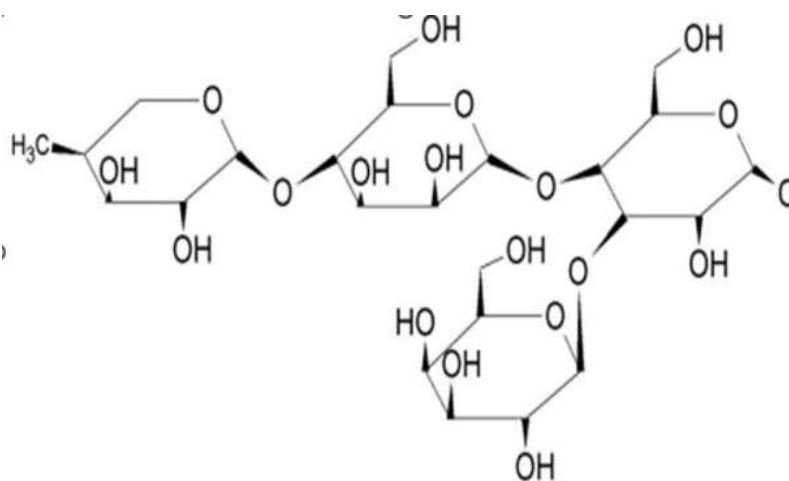


Figura 1.5 Estructura química de la hemicelulosa [Extraído de la red].

1.3.3 Lignina

La lignina se encuentra en la pared celular de las plantas y es un polímero amorfo, está compuesta por varios ácidos y alcoholes además de que es el polímero natural más complejo estructuralmente hablando. La molécula de lignina presenta un elevado peso molecular, que resulta de la unión de varios ácidos y alcoholes fenilpropílicos (cumarílico, coniferílico y sinapílico). En su acomodo, estos radicales se encuentran de manera aleatoria en la estructura de la lignina, lo que provoca que sea compleja y a su vez, amorfa, razón por la cual la pared celular es rígida y por lo tanto resistente a los ataques de microorganismos destructivos.

Extensas investigaciones han dado a conocer que la lignina inhibe la descomposición de la celulosa y hemicelulosa en sus respectivos monosacáridos, lo que entorpece los procesos físicos y químicos usados para el aprovechamiento de la biomasa lignocelulósica, razón por la cual, la comunidad científica busca alternativas con el objetivo de disminuir y retirar el contenido de lignina del material y de esta forma mejorar los procesos de transformación de lignocelulosa, haciéndolos más eficientes [24]. En la figura 1.6 se proyecta la estructura química de la lignina que como se observa, es muy compleja.

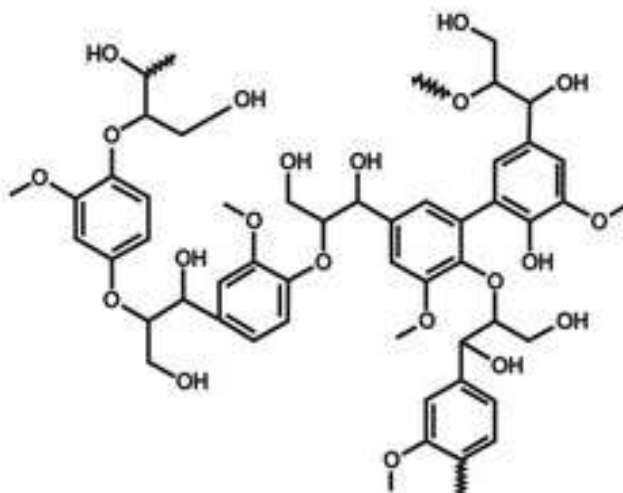


Figura 1.6 Estructura química de la lignina [Extraído de la red].

1.4 Procesos de transformación de la biomasa

Debido a su alto contenido de celulosa y hemicelulosa, la biomasa lignocelulósica puede ser transformada en combustibles y químicos por tres procesos importantes; gasificación, pirólisis y pretratamiento/hidrólisis [25]. El objetivo principal de la gasificación y la pirólisis es la conversión de la biomasa en gas de síntesis y en bioacéites, estos son importantes intermediarios para la producción de combustibles y químicos bajo procesos de temperaturas superiores a los 300 °C [5]. Las condiciones requeridas pueden limitar el proceso por la dificultad de controlar la química de la reacción. Por otro lado, la hidrólisis convierte la lignocelulosa en azúcares (hexosa y pentosa), que posteriormente son deshidratadas para producir HMF y furfural [1, 17, 24].

1.4.1 Hidrólisis ácida

La biomasa lignocelulósica puede transformarse en productos de valor comercial a través de varias rutas, y se ha descubierto que una forma eficiente de hidrolizar químicamente la celulosa en glucosa es a través del uso de un catalizador ácido. Ahora bien, si hablamos del sector industrial, el proceso más importante es la hidrólisis con ácidos minerales, que pueden estar a altas o bajas concentraciones según se requiera [26]. Los ácidos más usados en la conversión de la biomasa en 5-HMF son el ácido clorhídrico (HCl), sulfúrico (H₂SO₄) y fosfórico (H₃PO₄). En la literatura contamos con estudios que demuestran que la

concentración y naturaleza de los sitios ácidos es fundamental para lograr una alta conversión de la biomasa en productos deseados, a través de la selectividad del catalizador ácido [3].

En la figura 1.7 se ilustra la ruta de transformación de la celulosa a HMF a través de una reacción de hidrólisis y deshidratación. Observamos la presencia de los ácidos levulínico y fórmico, productos de la rehidratación del HMF [3].

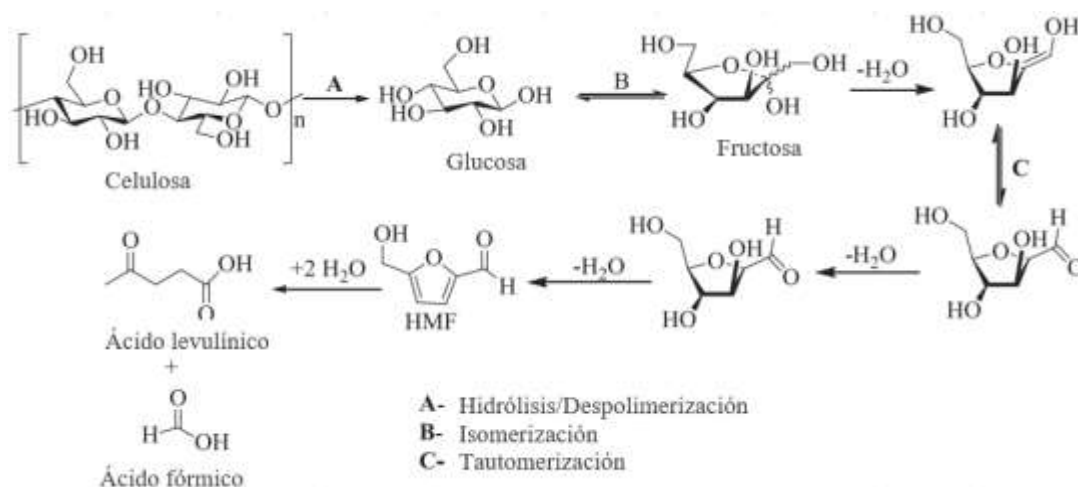


Figura 1.7 Mecanismo de reacción para la síntesis de HMF a partir de la hidrólisis de celulosa [3].

Comúnmente espera que los heteropoliácidos, por ejemplo, el ácido fosfotungstico ($H_3PW_{12}O_{40}$), tengan sitios ácidos tipo Bronsted más fuertes que incluso el ácido sulfúrico. Diversas investigaciones reportan el uso del ácido antes mencionado, como catalizador ácido para hidrólisis de diferentes fuentes de biomasa [27]. Se ha demostrado promueve en gran medida la transformación de celulosa a glucosa. En este tipo de procesos se utiliza a altas concentraciones logrando así disminuir la temperatura requerida por la reacción ya que, al ser altamente ácido, no presenta dificultad para romper los enlaces de las moléculas cristalinas más complejas presentes en su mayoría en la lignina [17, 31].

1.5 Catálisis

La catálisis es la modificación de la velocidad de una reacción química a través de la adición de un material que no es consumido durante la reacción y al final de esta puede ser

recuperado, este material recibe el nombre de catalizador. En la mayoría de los casos, la velocidad de reacción aumenta como consecuencia de la disminución de la energía de activación, que es la energía requerida para que inicie la reacción química. La catálisis puede clasificarse en homogénea, heterogénea y enzimática.

La figura 1.8 muestra una comparativa entre una reacción catalítica (línea verde) y una no catalítica (línea morada). En la reacción catalítica, los reactantes son más fácilmente transformados a productos por la acción del catalizador, el cual tiene la capacidad de reducir considerablemente la energía de activación, también llamada barrera energética. Mediante lo expuesto, podemos deducir que las reacciones catalíticas requieren una menor energía y consecuentemente, ocurren con una mayor rapidez [28].

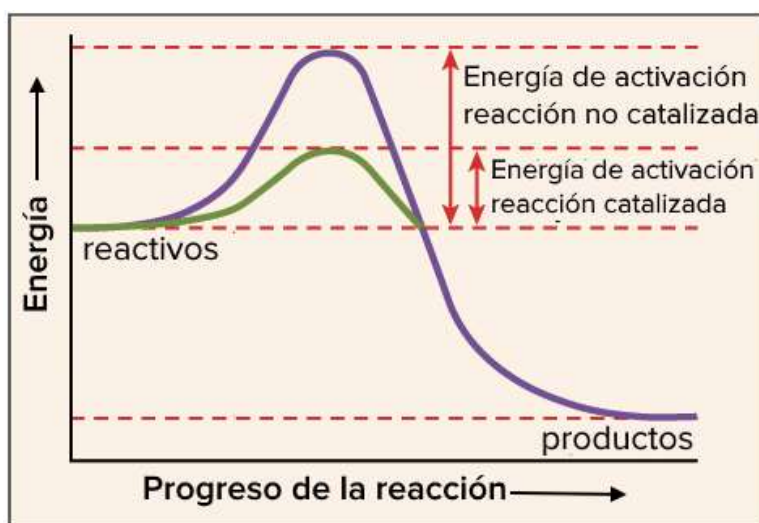


Figura 1.8 Comparativa entre una reacción catalítica y una no catalítica [28].

1.5.1 Catálisis heterogénea

La catálisis heterogénea recibe este nombre debido a que los sistemas en los que se desarrolla la reacción química son polifásicos, es decir, de 2 o más fases. Lo más común es que el medio de reacción sea líquido o gaseoso mientras que el catalizador se presenta en estado sólido, lo que facilita en gran manera la recuperación del catalizador una vez terminada la reacción, no

así con la catálisis homogénea en la que la recuperación del catalizador es difícil y en la mayoría de los casos, costosa.

A nivel industrial, la catálisis heterogénea es la más comúnmente usada ya que al disminuir la energía de activación de la reacción química, disminuye los tiempos de operación, lo que se traduce en una mayor ganancia económica para las compañías por el aumento de la producción [28].

1.6 Sargazo

El sargazo es una macroalga marina parda del género *Sargassum*, desarrolla un papel fundamental para diferentes especies de fauna marina y participa en los procesos de conectividad oceánica. Dicha alga, está formada por especies pelágicas que tienen su ciclo de vida en la columna de agua. El sargazo se reproduce aceleradamente a lo largo de la superficie del agua debido a que es una especie con capacidad de clonación, al momento no existen registros de que presente reproducción sexual. Las algas al ser plantas acuáticas, pertenecen a la lignocelulosa, la cual entre sus componentes se encuentran la celulosa, hemicelulosa y lignina, entre otros. La comunidad científica ha prestado especial atención a la síntesis de biocombustibles y químicos utilizando recursos renovables como materia prima. La biomasa lignocelulósica es ampliamente estudiada y existen gran cantidad de investigaciones en las que se ha documentado la obtención de productos químicos a partir de distintas fuentes como madera [15], bagazo de caña de azúcar [19], cáscara de papa [18], y paja de arroz [29], solo por mencionar algunos. En la tabla 1.1 se reportan los porcentajes de las propiedades proximales del sargazo tipo *fluitans* y *natans* (base seca), entre las cuales destacan la presencia de celulosa, hemicelulosa y lignina, compuestos fundamentales en la composición de la biomasa.

Tabla 1.1 Propiedades proximales (%) del sargazo tipo *natans* y *fluitans* [5].

	<i>S. natans</i>	<i>S. fluitans</i>
Cenizas totales	29.06	27.55
Extracto etéreo	3.75	2.87
Celulosa	38.28	41.70
Hemicelulosa	17.28	14.79
Lignina	0.51	0.53
Proteína cruda	11.12	12.56

En el norte del océano Atlántico se encuentra una región llamada Mar de los Sargazos, donde conviven dos especies: *S. fluitans* y *S. natans*, las cuales comparten atributos físicos. En la figura 1.9 se hace una comparativa entre estas dos especies destacando sus diferencias morfológicas [5] y su descripción en la tabla 1.2 [5].

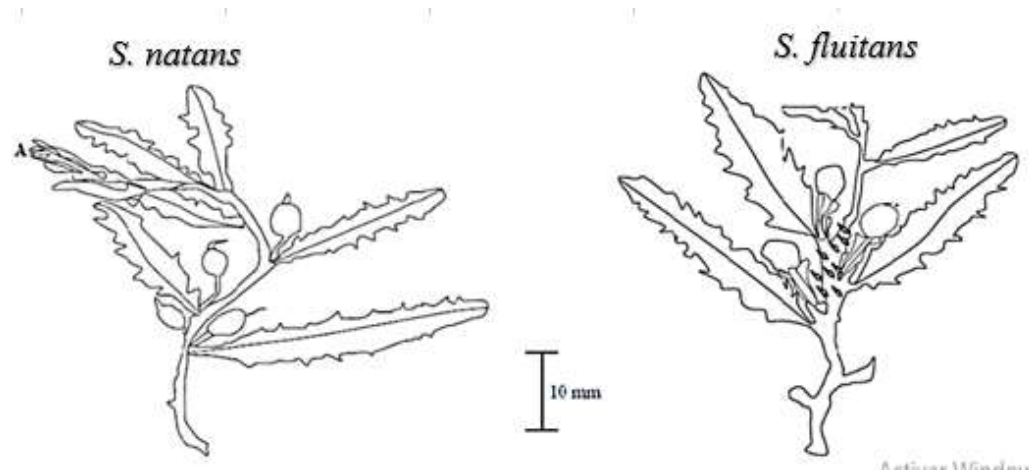


Figura 1.9 Diferencias morfológicas entre el sargazo tipo *fluitans* y *natans* [5].

Tabla 1.2 Diferencias morfológicas entre el sargazo tipo *fluitans* y *natans* [5].

Especies	<i>S. natans</i>	<i>S. fluitans</i>
Tallo	Plano en un lado y delgado ahusado	Plano en un lado con ramitas
Forma de la hoja	Estrecho, lineal-oblongo	Lanceolado-elíptico
Tamaño de la hoja	1-3 x 15-20 (ancho x longitud)	3-5 x 15-21 (ancho x longitud)
Ápice de la hoja	Obtuso	Agudo
Margen de la hoja	Poco dentado	Profundamente dentado
Vesícula	Con punta de espina (aprox. 1-2 x 0.5-3 mm, ancho x longitud)	Sin punta de espina (aprox. 1-3 x 1-3 mm, ancho x longitud)
Tallo de vesícula	Largo y delgado (aprox. 1-3 mm)	Largo y alado (aprox. 1-3 mm)

Además de las características morfológicas del sargazo, también es importante conocer sus componentes minerales, en la tabla 1.3 se observa el contenido de minerales de la mezcla de *S. natans* y *S. fluitans*. Se aprecia que el fósforo es el mineral con mayor presencia en la composición mineral del sargazo [5].

Tabla 1.3 Contenido de minerales presentes en la mezcla de los dos tipos de sargazo [5].

Mineral	mg/100g
Fósforo	96.5 ± 2.12
Magnesio	42.75 ± 0.35
Potasio	28.0 ± 0.74
Nitrógeno	6.36 ± 0.2
Zinc	0.05 ± 0
Yodo	0.05 ± 0

Los cambios en la química de los océanos, como producto de las actividades humanas, por el modelo dominante de producción y consumo de alimentos, bienes y servicios, han

provocado un mayor crecimiento del sargazo, a tal magnitud que está fuera de control a escala humana. La SEMARNAT reportó que en el verano de 2013 en el Caribe Mexicano se reportó la llegada de cantidades atípicas de sargazo a las costas, esto continuó de forma esporádica durante los siguientes meses, hasta que a finales de 2014 y durante 2015 esta situación se volvió constante [7]. En septiembre de 2015 se contabilizaron 2,500 metros cúbicos de sargazo por kilómetro de playa. En 2018 (la base de datos más completa) se juntaron 275,000 metros cúbicos en sólo 6 kilómetros de playa de Puerto Morelos [8]. Desde la llegada del sargazo a playas mexicanas hasta la actualidad, las cadenas hoteleras en conjunto con el gobierno mexicano han realizado esfuerzos para limpiar el ecosistema marítimo y transferir el sargazo recolectado a sitios de depósito. La armada mexicana trabaja removiendo los arribazones de sargazo, antes de que lleguen a la costa. En mayo de 2021 recolectaron más de 10,000 toneladas [9]. En este mismo año se promulgaron los “Lineamientos técnicos y de gestión para la atención de la contingencia ocasionada por sargazo en el Caribe mexicano y el Golfo de México”, esto con el propósito de tener un mejor control del manejo del sargazo que llega a las costas y tener la oportunidad de buscar alternativas para su manejo y potenciales aplicaciones, entre las cuales se ha implementado su uso como alimento para ganado bovino, remoción de CO₂, materia prima para fabricación de fertilizantes, remoción de metales pesados en el tratamiento de agua [30]. En la figura 1.10 se observa la gran problemática que representa el sargazo en las playas del Caribe, afectando al turismo de gran cantidad de países [30].



Figura 1.10 Problemática del sargazo en playas del Caribe [30].

Capítulo 2.- Desarrollo experimental

2.1 Nanopartículas de fosfatos de Fe, Ni y FeNi

Las nanopartículas metálicas fosforadas fueron sintetizadas en las instalaciones del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, en la División de Estudios de Posgrado e Investigación (ITCM, Campus III), tomando como base el método de descomposición térmica, reportado por Morelos O. y col. (2021), empleando el uso de sales organometálicas como precursores, tales sales fueron el acetilacetionato de hierro (III) ($\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$) y el acetilacetionato de níquel (II) ($\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$) y ácido oleico y oleilamina como solventes y estabilizadores. Se hizo uso de trifenilfosfina para aportar el fósforo a las nanopartículas. La purificación de las nanopartículas se llevó a cabo con acetona y cloroformo como dispersante vía centrifugación. En la tabla 2.1 se describen los reactivos utilizados en la síntesis de nanopartículas, su marca, pureza y nomenclatura empleada en este trabajo de investigación.

2.2 Reactivos empleados

Tabla 2.1 Descripción de reactivos, marca, pureza y nomenclatura.

<i>Reactivo</i>	<i>Marca y pureza</i>	<i>Nomenclatura</i>
Acetilacetionato de hierro (III)	Sigma Aldrich, 97 %	$\text{Fe}(\text{acac})_3$
Acetilacetionato de níquel (II)	Sigma Aldrich, 95 %	$\text{Ni}(\text{acac})_2$
Oleilamina	Sigma Aldrich, 70 %	<i>OAm</i>
Ácido oleico	Sigma Aldrich, 90 %	<i>AO</i>
Trifenilfosfina	Sigma Aldrich, 95 %	<i>TPP</i>
Acetona	Fermont, 99.5 %	<i>Acetona</i>
Cloroformo	Fermont, 99.9 %	<i>Cloroformo</i>

2.3 Síntesis de nanopartículas de fosfato de hierro

El método de descomposición térmica, ha sido ampliamente empleado en la síntesis de nanomateriales, tales como nanopartículas, nano varillas y nanotubos. La síntesis de los nanocatalizadores metálicos fosforados fue desarrollada mediante descomposición térmica puesto que se puede llevar a cabo fácilmente manejando condiciones de reacción suaves en

comparación con otros métodos, manejando temperaturas en un rango de entre 130 y 360 °C, además de que los costos de reacción son bajos. Las nanopartículas de fosfato de hierro se prepararon con una relación molar hierro:fósforo de 1:3, mezclando y agitando magnéticamente 0.5 mmol de $\text{Fe}(\text{acac})_3$, 60 mmol de oleilamina, 10 mmol de ácido oleico y 1.5 mmol de TPP. La solución se llevó hasta una temperatura de 200 °C durante una hora, en este intervalo de tiempo ocurrió la descomposición de la sal organometálica de hierro, etapa en la que se observó un cambio en la coloración de la solución la cual al inicio presentaba un color rojo oscuro y con el paso del tiempo fue cambiando hasta finalmente alcanzar un color negro y con consistencia viscosa. Una vez transcurrido el tiempo de la primera etapa de calentamiento, la temperatura fue elevada a 270 °C durante 30 min. Tiempo en el cual se desarrolló la nucleación y crecimiento de las nanopartículas. La mezcla resultante de color negro se retiró cuidadosamente de la parrilla y se dejó enfriar a temperatura ambiente. La figura 2.1 ilustra la síntesis de nanopartículas fosforadas, la mezcla de reacción se encuentra en un vial montado en la parrilla donde se controla la temperatura a distintos intervalos de tiempo.

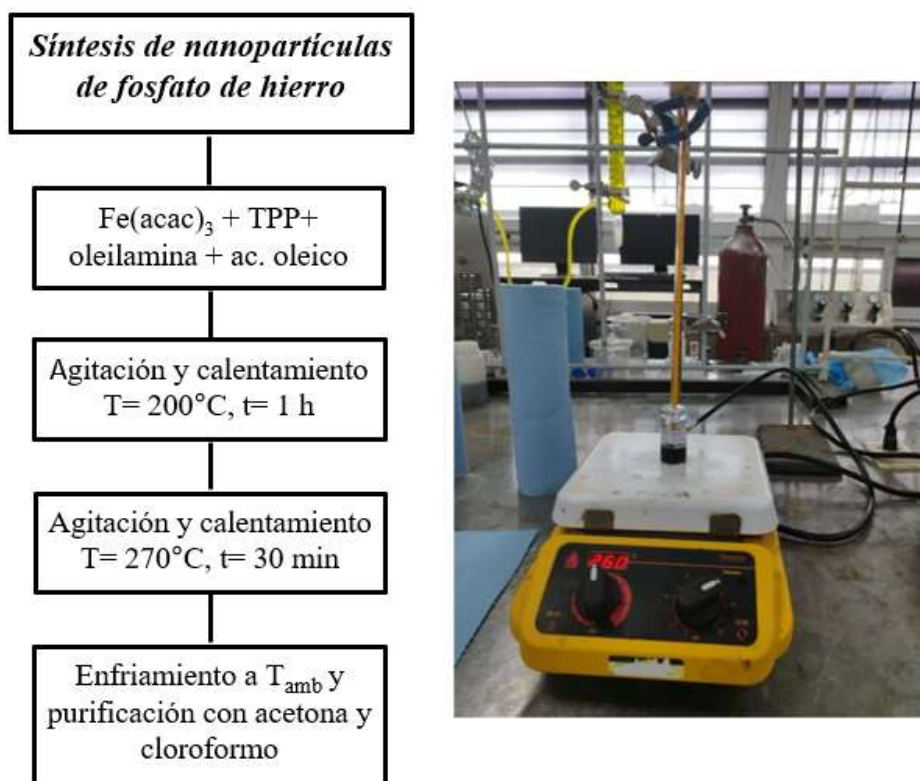


Figura 2.1 Diagrama de la síntesis de NPs de fosfato de hierro mediante el método de descomposición térmica.

2.4 Síntesis de nanopartículas de fosfato de níquel

Las nanopartículas de fosfato de níquel fueron sintetizadas mediante el método de descomposición térmica, el procedimiento se llevó a cabo mezclando 0.5 mmol de $\text{Ni}(\text{acac})_2$, 1.5 mmol de TPP, 60 mmol de oleilamina y 10 mmol de ácido oleico. La solución se colocó en una parrilla donde se llevó una primera etapa de calentamiento hasta los 200 °C durante una hora agitando magnéticamente. La tonalidad de la mezcla sufrió cambios debido a la influencia del incremento de temperatura y el tiempo. Una vez finalizada la primera etapa de calentamiento de 200 °C, la mezcla tomó un color ámbar oscuro, cabe recalcar que su viscosidad aumentó, el cambio de coloración fue un indicativo de la descomposición del precursor organometálico y la iniciación de la formación de las nanopartículas. La segunda etapa de calentamiento se llevó a cabo a 270 °C por un tiempo de dos horas.

El tiempo y temperatura de reacción influyen considerablemente en el tamaño y morfología de los materiales. Al finalizar la síntesis, la mezcla adquirió una coloración muy oscura negro-café que se dejó enfriar a temperatura ambiente para posteriormente ser purificada. En la figura 2.2a se proyecta el diagrama referente a la síntesis de nanopartículas de fosfato de níquel. La influencia del tiempo y temperatura de síntesis se observa en la figura 2.2b y c, vemos la diferencia en la coloración de la mezcla de reacción después de una hora a 200 °C, figura 2.2b y después de 2 horas a 270 °C, en la figura 2.2c.

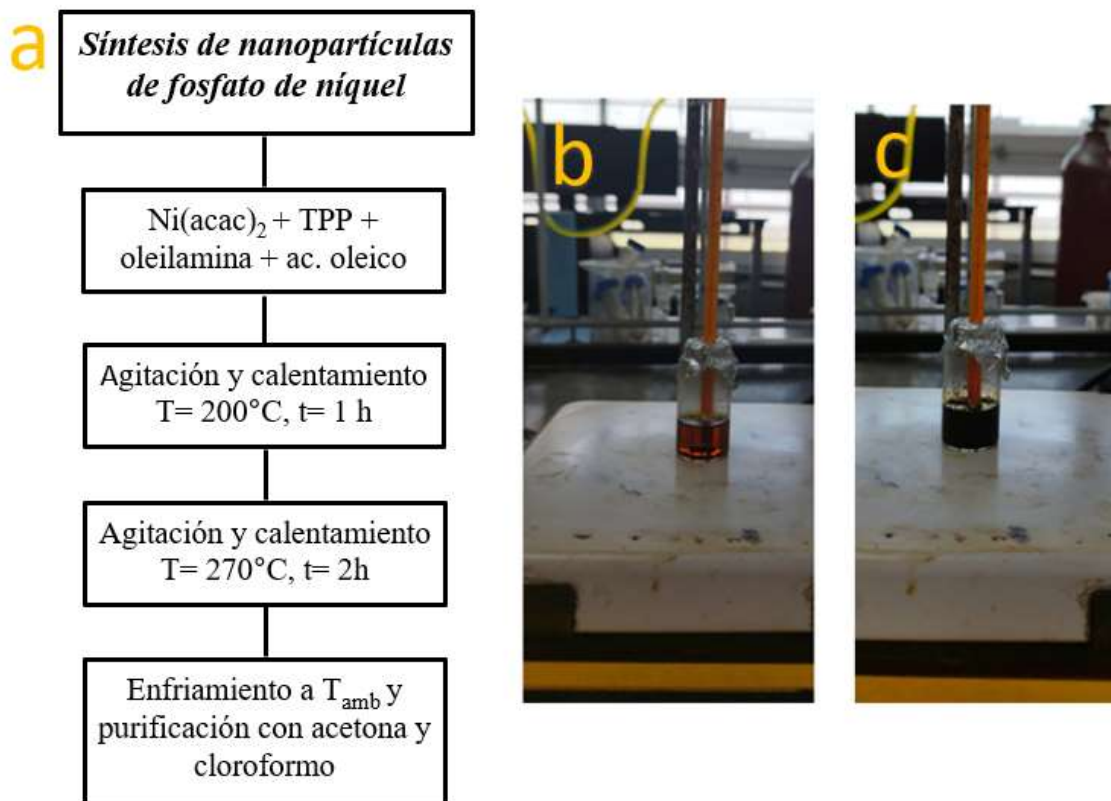


Figura 2.2 a) Diagrama de síntesis de NPs de fosfato de níquel, b) Síntesis después de la primera etapa de calentamiento, c) Síntesis después de la segunda etapa de calentamiento.

2.5 Síntesis de nanofibras de fosfato de Hierro-Níquel 1:1

Las nanopartículas de fosfato de FeNi fueron sintetizadas por el método de descomposición térmica con una relación equimolar de las sales metálicas precursoras, 1:1 Fe:Ni. En un vial de vidrio fueron colocados 0.25 mmol de $\text{Fe}(\text{acac})_3$, 0.25 mmol de $\text{Ni}(\text{acac})_2$, 1.5 mmol de TPP, 60 mmol de oleilamina y 10 mmol de ácido oleico. Los componentes fueron mezclados magnéticamente, la temperatura fue elevada a 200 °C en una parrilla durante una hora. En esta etapa se observó el oscurecimiento gradual de la mezcla de reacción hasta verse totalmente negra, lo que sugiere la descomposición de las sales organometálicas de hierro y níquel, posteriormente la temperatura se elevó hasta 270 °C manteniéndose por dos horas. Finalmente, el material obtenido se retiró del calentamiento y se dejó enfriar a temperatura ambiente. La figura 2.3 muestra el proceso mediante el cual se llevará a cabo la síntesis de

las nanopartículas que posteriormente serán usadas como catalizador en la reacción de hidrólisis ácida del sargazo.

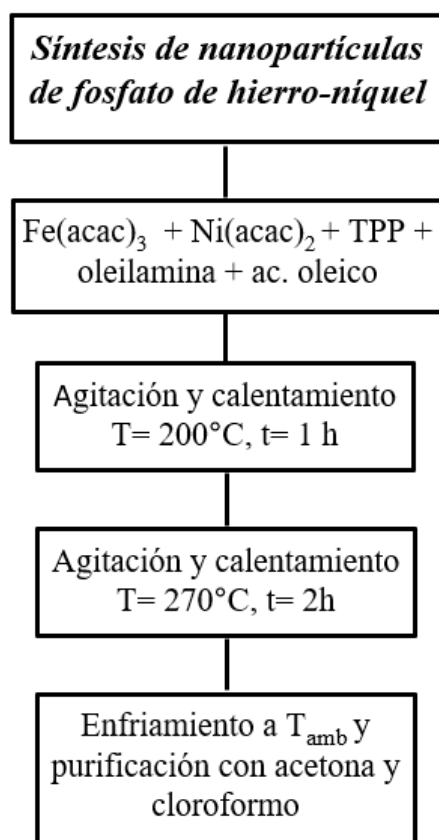


Figura 2.3 Diagrama de síntesis de nanopartículas de fosfato de FeNi.

2.6 Purificación de nanomateriales

Las nanopartículas fueron purificadas con el propósito de remover el exceso de oleilamina y ácido oleico de su superficie, este paso es muy importante ya que algunas técnicas de caracterización como la microscopía electrónica requieren que los nanomateriales estén altamente purificados y de esta forma mostrar una medición precisa de tamaño y morfología de las nanopartículas. En caso contrario, si las nanopartículas presentan exceso de orgánicos en su superficie, consecuentemente su diámetro aumenta, provocando errores de medición. El procedimiento fue realizado tomando una porción de la mezcla con una espátula y se colocó en un tubo para centrifuga de 50 ml al cual se agregaron 15 ml de acetona. La mezcla fue dispersada por un minuto en un baño ultrasónico de alta frecuencia marca Cole-Parmer.

La muestra se colocó en una centrífuga marca Thermo Scientific configurada a una velocidad de 10,500 rpm durante 10 minutos. Una vez transcurrido el tiempo, la acetona fue separada cuidadosamente y desechada, mientras que el material que quedó adherido en las paredes del tubo fue retirado añadiendo gota a gota cloroformo y recolectado en un vial. Este procedimiento se realizó en repetidas ocasiones hasta terminar de lavar toda la mezcla resultante de la reacción. El material recolectado se purificó nuevamente tomando con una pipeta aproximadamente 2 ml y aforando a 15 ml el tubo de centrífuga, esto a las mismas condiciones de velocidad de centrifugado y tiempo. El procedimiento se llevó a cabo en repetidas ocasiones. Los tres nanocatalizadores fueron purificados de la misma forma. En la figura 2.4 se proyecta el material adherido transcurridos los 10 min de centrifugado y su recolección, mientras que en la figura 2.5 se exponen los equipos empleados para la purificación de las nanopartículas.



Figura 2.4 Purificación de NPs de fostato de hierro.



Figura 2.5 Equipos empleados en la purificación de los nanomateriales, a) baño ultrasónico y b) centrífuga.

2.7 Técnicas de caracterización

Las propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas obtenidas fueron evaluadas a través de las siguientes técnicas de caracterización, las cuales se llevaron a cabo en el Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, en la División de Estudios de Posgrado e Investigación (ITCM, Campus III), en los laboratorios del IPN: Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, unidad Legaria y en la Universidad Nacional Autónoma de México, (UNAM).

2.7.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés).

Mediante esta técnica se obtuvo información relacionada con el tamaño y la morfología de las nanopartículas. Para la microscopía electrónica de barrido (SEM), se usó un microscopio HITACHI S5500, modo BF-STEM a 300 kV y 20 μ A, acoplado con un detector Duo-BF/ADF y un detector Bruker de espectroscopía de energía dispersiva (EDS). La preparación de la muestra de nanopartículas dispersadas en etanol consistió en tomar una gota de la solución dispersada, que fue depositada en una rejilla de cobre recubierta con carbón, finalmente se secó a temperatura ambiente para ser analizada en el microscopio.

2.7.2 Difracción de Rayos X (DRX).

La identificación de las fases y estructura cristalina de los materiales se llevó a cabo utilizando un difractómetro marca PANalytical Empyrean, empleando una radiación $K\alpha$ de Cu ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) y operando a 45 kV y 40 mA. Las nanopartículas dispersadas en hexano se depositaron gota a gota sobre el portamuestra hasta formar una película, posteriormente se secó a temperatura ambiente para su análisis.

El tamaño de partícula de los nanomateriales monodispersos se estimó mediante la ecuación de Scherrer (ecuación 2.1):

$$d = \frac{k \lambda}{B \cos \theta} \quad (\text{ecuación 2.2})$$

Dónde:

d [=] *tamaño de partículas en nanómetros*

k [=] *factor de forma (0.9 para partículas esféricas)*

λ [=] *longitud de onda en nanómetros (0.15418 nm)*

B [=] *ancho del pico a la altura media, en radianes*

θ [=] *ángulo de Bragg, grados*

2.7.3 Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS)

El ambiente químico de los elementos presentes en la superficie de las nanopartículas e información cualitativa fue estudiada a través de espectroscopía XPS. Se llevó a cabo en un espectrómetro Thermo Fisher Scientific, modelo K-Alpha⁺, equipado con una fuente monocromática de rayos X, $AlK\alpha$ (1486.6 eV). La muestra fue purificada y secada, se tomaron 4 mg del polvo recuperado el cual fue depositado en un portamuestras de vidrio para finalmente ser analizado.

2.7.4 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía FTIR se utilizó para identificar los grupos funcionales de los agentes estabilizantes empleados en la síntesis de las nanopartículas, así como las interacciones que suceden con respecto a los enlaces de los solventes orgánicos con las nanopartículas. Se usó un espectrómetro marca Perkin Elmer 100. Para el análisis se depositó gota a gota la muestra de nanopartículas en suspensión sobre un ATR, se llevaron a cabo 4 barridos en un rango de

400-4000 cm^{-1} . Para un análisis complementario, las nanopartículas en suspensión fueron secadas a una temperatura de 60 °C en una estufa y posteriormente analizadas depositando aproximadamente 2 mg sobre un ATR.

2.7.5 Dispersión de luz dinámica (DLS)

El radio hidrodinámico de las partículas sintetizadas se estudió mediante esta técnica. Se usará un detector de tamaño de partícula Litesizer 500, con fuente de luz de laser semiconductor de 40 mW a 658 nm. La muestra se preparó tomando una gota que fue dispersada en tolueno, colocando el volumen requerido en una celda de vidrio para su medición.

2.8 Hidrólisis ácida de la biomasa lignocelulósica

El propósito principal de esta investigación es la síntesis de nanomateriales de fosfato de Fe, Ni y FeNi para su implementación como catalizador en la reacción de hidrólisis ácida del sargazo, de esta manera aprovechando las grandes cantidades de sargazo que arriban a las costas del caribe mexicano cada año y su transformación en productos de valor agregado a través de procesos con un bajo costo y menor impacto ambiental. Las reacciones de hidrólisis ácida de la biomasa lignocelulósica emplean el uso de un catalizador ácido y agua como solvente, en este caso se implementó el uso de nanopartículas de fosfato de hierro, níquel y hierro-níquel para aportar acidez al medio de reacción y de esta forma garantizar el rompimiento de los polisacáridos presentes en el sargazo, obteniendo hexosas y pentosas capaces de transformarse en productos tales como el 5-hidroxi-metil-furfural, ácido levulínico y furfural, entre otros.

Tabla 2.2 Materiales y reactivos empleados en la reacción catalítica de hidrólisis ácida.

<i>Materiales y reactivos</i>	<i>Nomenclatura</i>
Sargazo <i>fluitans</i> y <i>natans</i>	Sargazo
Agua desionizada	Agua desionizada
Nanopartículas de fosfato de hierro	Np's de fosfato de Fe
Nanopartículas de fosfato de níquel	Np's de fosfato de Ni
Nanofibras de fosfato de hierro-níquel	Nanofibras de fosfato de FeNi
Ácido fosfotúngstico	H ₃ PW ₁₂ O ₄₀

2.8.1 Pretratamiento del sargazo

Recolección: El sargazo fue recolectado de las playas del caribe mexicano, específicamente de Cancún Q. R. haciendo uso de embarcaciones especializadas conocidas como “sargaceras”.

Lavado: La limpieza se realizó con agua potable con el fin de eliminar los materiales presentes en el alga que no interfieren en el trabajo experimental, que son la arena y sales impregnadas.

Secado: Una vez lavado, el sargazo se dejó secar bajo luz solar hasta que se observe completamente seco.

Molienda: La molienda y tamizado del sargazo se realizó empleando un molino y tamizado usando la malla número 80, obteniendo un tamaño de partícula uniforme de 177 μm . Esto con el propósito de reducir el tamaño de partícula aumentando el área de contacto durante el tratamiento de hidrólisis.

2.8.2 Reacción de hidrólisis ácida del sargazo

Para la reacción catalítica se usó un reactor marca Anton Parr modelo 4790 con volumen de 250 ml. Primeramente, se realizó la reacción del blanco en la que el reactor fue cargado agregando 2 g de sargazo molido y tamizado, 17 ml de agua desionizada, catalizador ácido, 3 ml de H₃PW₁₂O₄₀ (ácido fosfotúngstico) concentrado al 80%. El reactor fue purgado con

nitrógeno a 8 bares de presión para desplazar el oxígeno del ambiente de reacción y evitar la oxidación de los reactantes. La evaluación catalítica de los nanocatalizadores sintetizados se realizó agregando al reactor 2 g de sargazo molido y tamizado, 17 ml de agua desionizada, 3 ml de $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ y 3 volúmenes diferentes para cada nanocatalizador; 3, 6 y 9 ml de nanopartículas en suspensión de cloroformo con una concentración aproximada de 3000 ppm. Cabe recalcar que el reactor no cuenta con agitación, por lo que también fue añadido al reactor un agitador magnético. El reactor fue montado en una parrilla con agitación magnética que fue activada para garantizar la correcta difusión de los reactivos en la superficie del catalizador. La reacción tomó lugar durante 2 h a 200 °C. La figura 2.6 se proyecta una de las reacciones de hidrólisis ácida, el reactor está montado en una parrilla dentro de una manta de calentamiento. De la misma forma el sistema está conectado a un controlador de temperatura.



Figura 2.6 Reacción catalítica de hidrólisis ácida del sargazo.

En total se realizaron 10 experimentos, el blanco y 9 reacciones más en las que la variación fue el volumen de los 3 diferentes catalizadores, esto con el propósito de hacer una comparativa entre los 3 diferentes catalizadores. Primeramente, al comparar el blanco con el resto de las reacciones a través de los resultados obtenidos, nos damos cuenta si los nanocatalizadores sintetizados tomaron lugar significativamente en la reacción, posteriormente podemos analizar cuál de los 3 tiene una mejor actividad catalítica y finalmente, podemos darnos cuenta si la variación del volumen de cada catalizador cobra relevancia en los resultados de nuestra reacción. La tabla 2.3 nos ilustra las reacciones que se llevaron a cabo y las variaciones de volumen de los 3 catalizadores sintetizados.

Tabla 2.3 Reacciones realizadas y variación de volumen de los catalizadores.

N° de reacción	Masa de sargazo	Volumen de solvente (agua desionizada)	Volumen de $H_3PW_{12}O_{40}$	Catalizador	Volumen de catalizador
1- Blanco	2g	17 ml	3 ml	-	-
2				Np's de fosfato de Fe	3 ml
3					6 ml
4					9 ml
5				Np's de fosfato de Fe	3 ml
6					6 ml
7					9 ml
8				Np's de fosfato de Fe	3 ml
9					6 ml
10					9 ml

2.8.4 Caracterización de los productos de reacción

Entre los productos de reacción más importantes obtenidos en reacciones de hidrólisis ácida de biomasa se encuentran el ácido levulínico, 5- hidroximetil-furfural, furfurales, entre otros. Generalmente, dichos productos son caracterizados mediante la técnica de

Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG/MS) por su exactitud y precisión en la identificación y cuantificación de mezclas de sustancias volátiles.

De acuerdo con lo reportado por Teixidó y col. [31], caracterizaron hidroximetil-furfural mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas. Se usó una columna cromatográfica (5% Fenil, 95% metilpolisiloxano) de 30 m x 25 mm. Se usó helio como gas de arrastre a un flujo constante de 1.3 ml/min. La temperatura de inyección fue 280 °C y el horno fue programado a 70 °C manteniéndose por un minuto. Posteriormente la temperatura fue elevada a 110 °C a razón de 7 °C/min y a 300 °C a razón de 20 °C/min, esta última temperatura se mantuvo por 10 minutos.

Capítulo 3.- Resultados

3.1 Microscopía electrónica de barrido

La figura 3.1 muestra la importancia de los agentes estabilizantes en la superficie de los nanomateriales, su función es evitar la aglomeración de las nanopartículas lo que beneficia su estabilidad. Esto garantiza una amplia superficie de contacto en la cual los reactivos que participan en la reacción se transforman en productos de interés, lo que se traduce en una buena actividad catalítica [32, 33]. La figura 3.2a presenta la micrografía de las nanopartículas de fosfato de hierro. Se aprecia la formación de partículas de forma esférica y cuasi esférica con una amplia distribución de tamaño de 20 a 100 nm, se observa la presencia de los agentes estabilizantes en la superficie del material.

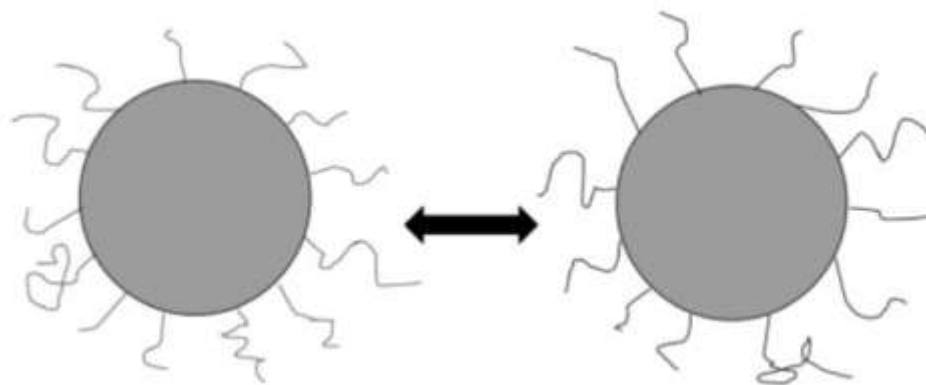
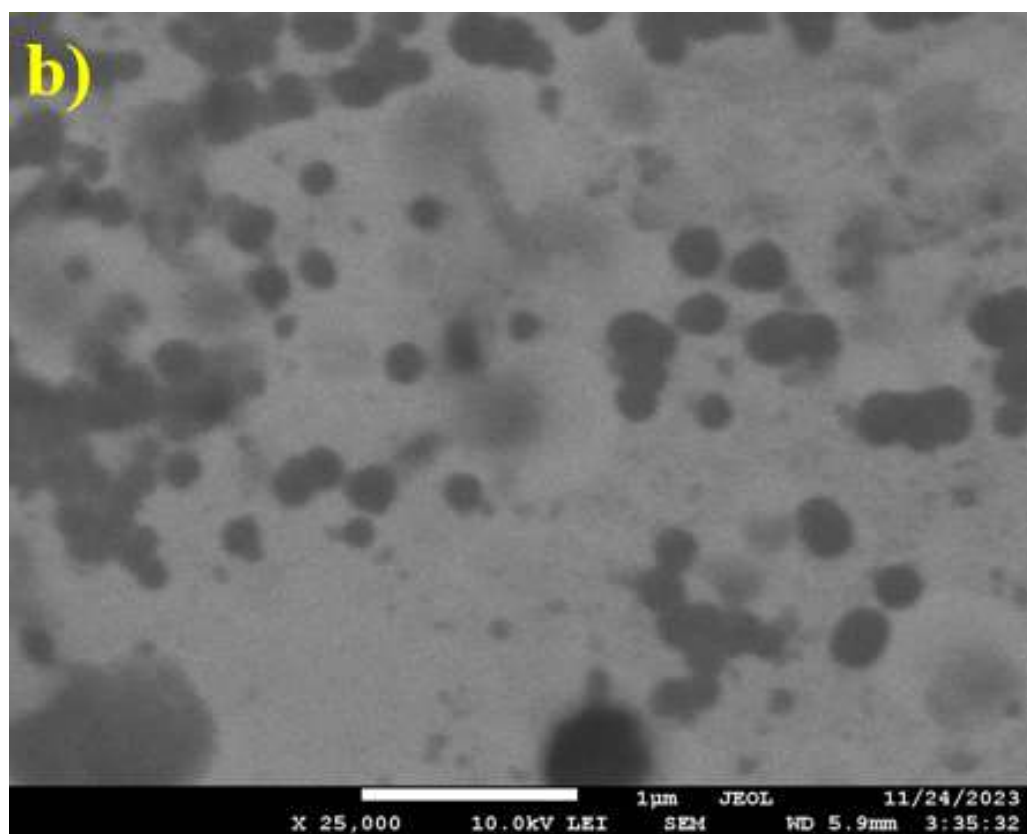
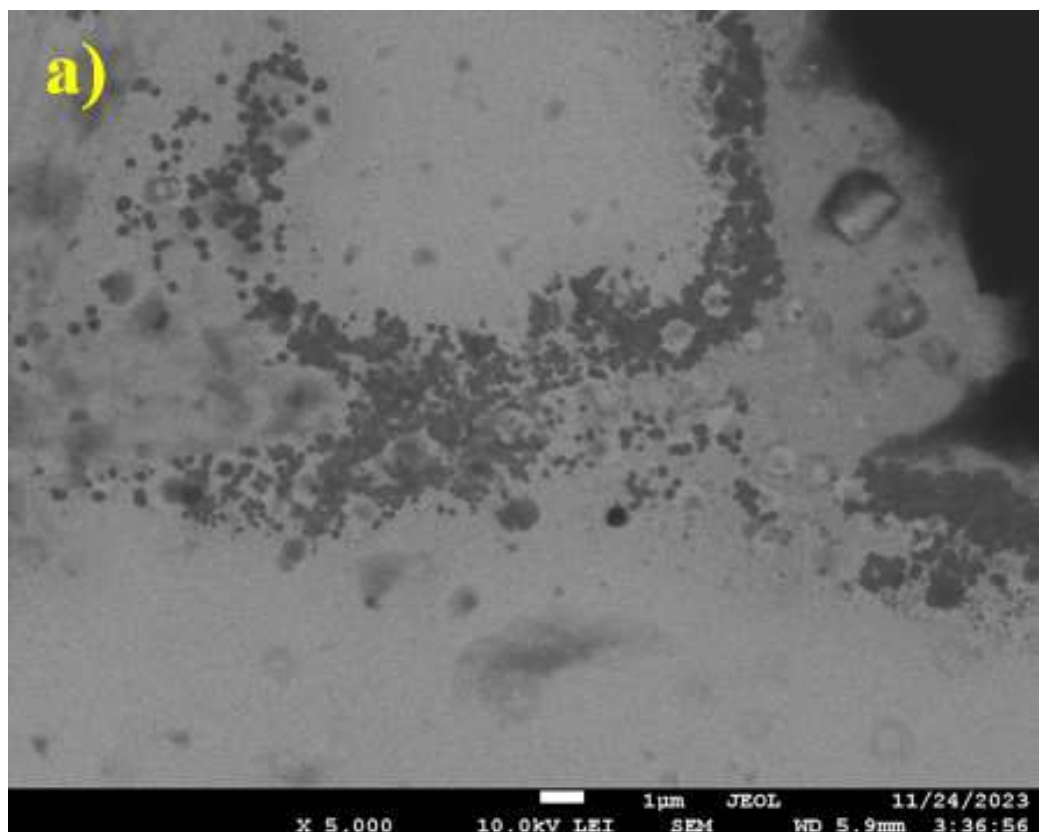


Figura 3.1 Representación de los agentes estabilizantes en la superficie de los nanomateriales [32].

En la figura 3.2b se aprecia la micrografía de la misma muestra de nanomateriales donde se tiene una distribución de tamaño de partícula de 20 a 270 nm, aproximadamente. El histograma que brinda información de la distribución de tamaño de partícula de las nanopartículas de fosfato de hierro es presentado en la figura 3.2c, en la que se observan tamaños de partícula de 20 a 270 nm, con un tamaño promedio de 25 ± 10 nm.



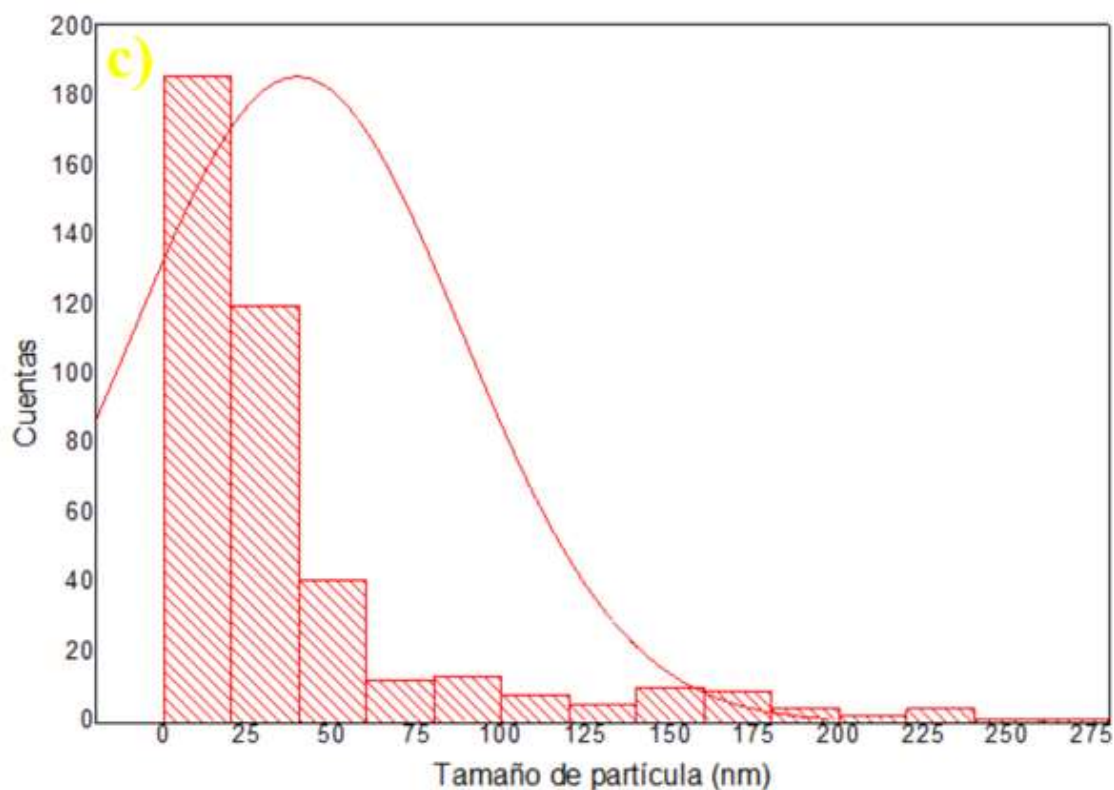


Figura 3.2a y b micrografías de NPs de fosfato de Fe. **3.2c** Histograma de NPs de fosfato de Fe.

La figura 3.3 presenta la micrografía de las nanopartículas de fosfato de níquel, se hizo un acercamiento de la imagen para una mejor apreciación en la que destaca la presencia de nanopartículas con diámetro que ronda entre 40 y 100 nm con tamaño promedio de 50 ± 5 nm.

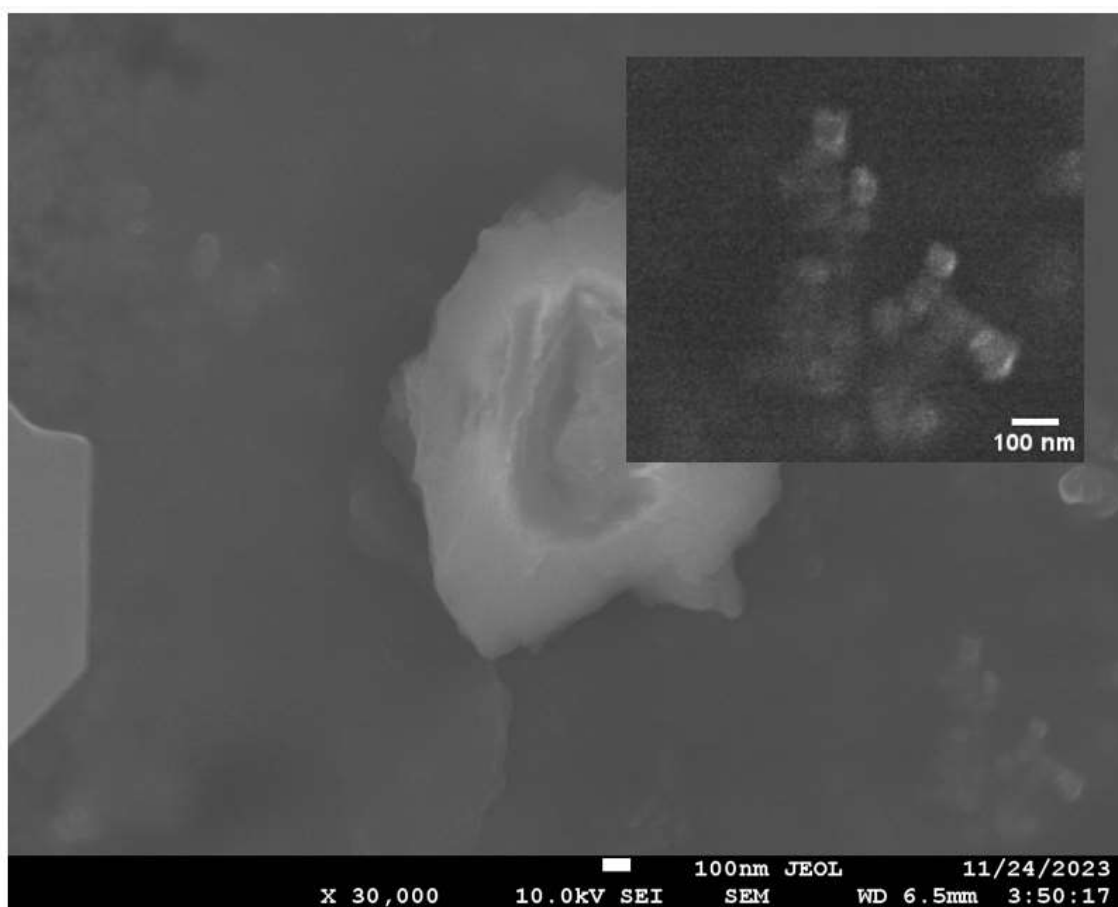
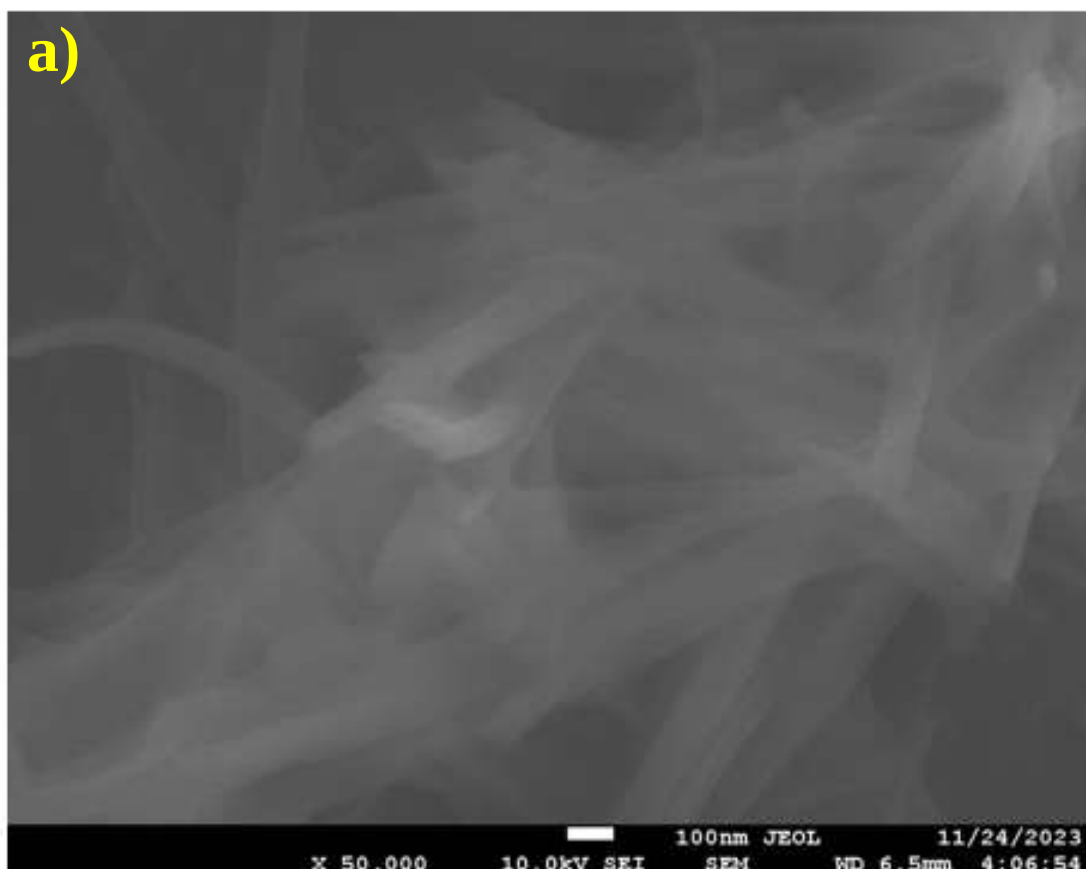


Figura 3.3 Imagen SEM de NPs de fosfato de Ni.

En la figura 3.4a se proyecta la micrografía correspondiente a las nanopartículas de fosfato de FeNi, que presentan morfología de nanofibra, de la misma manera, la figura 3.5 proyecta los nanomateriales sintetizados en una perspectiva más amplia. La figura 3.4b presenta el histograma asociado a la distribución de tamaño de partícula, se aprecia que el diámetro de los nanomateriales ronda entre los 20 y 120 nm, con un tamaño promedio de 60 ± 20 nm. La distribución de tamaño de diámetro y el tipo de morfología, al igual que nanomateriales como nanotubos de carbono o nanovarillas han sido ampliamente estudiados con fines catalíticos ya que por su estructura promueven la actividad catalítica debido a la amplia área de contacto que poseen en la cual los reactivos pueden adsorberse y ser transformados a los productos de interés [34, 35]. Se observa una gran cantidad de nanofibras de distintas longitudes y tamaño de diámetro que muy posiblemente fueron formadas por la acción de los metales de transición contenidos en el mecanismo de reacción introducidos a través de sales organometálicas de

Fe y Ni, que son acetilacetonato de hierro III, $(\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3)$ y acetilacetonato de níquel II $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{NiO}_4)$, respectivamente. Estos metales, al igual que el cobalto, son ampliamente empleados en la síntesis de nanotubos y nanofibras de carbono mediante distintos tipos de síntesis ya que promueven el crecimiento vertical de las nanopartículas que son inicialmente sintetizadas [36, 37].



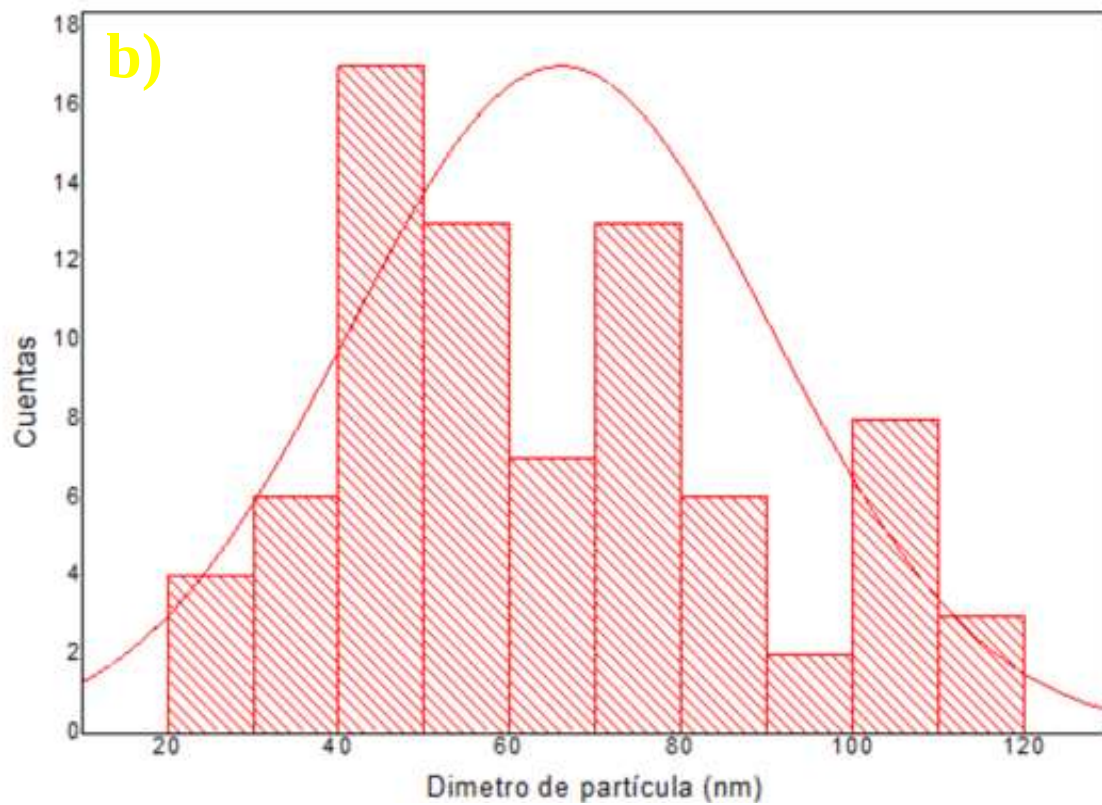


Figura 3.4a Imagen SEM de NPs de fosfato de FeNi. **3.4b** Histograma de NPs de fosfato de FeNi

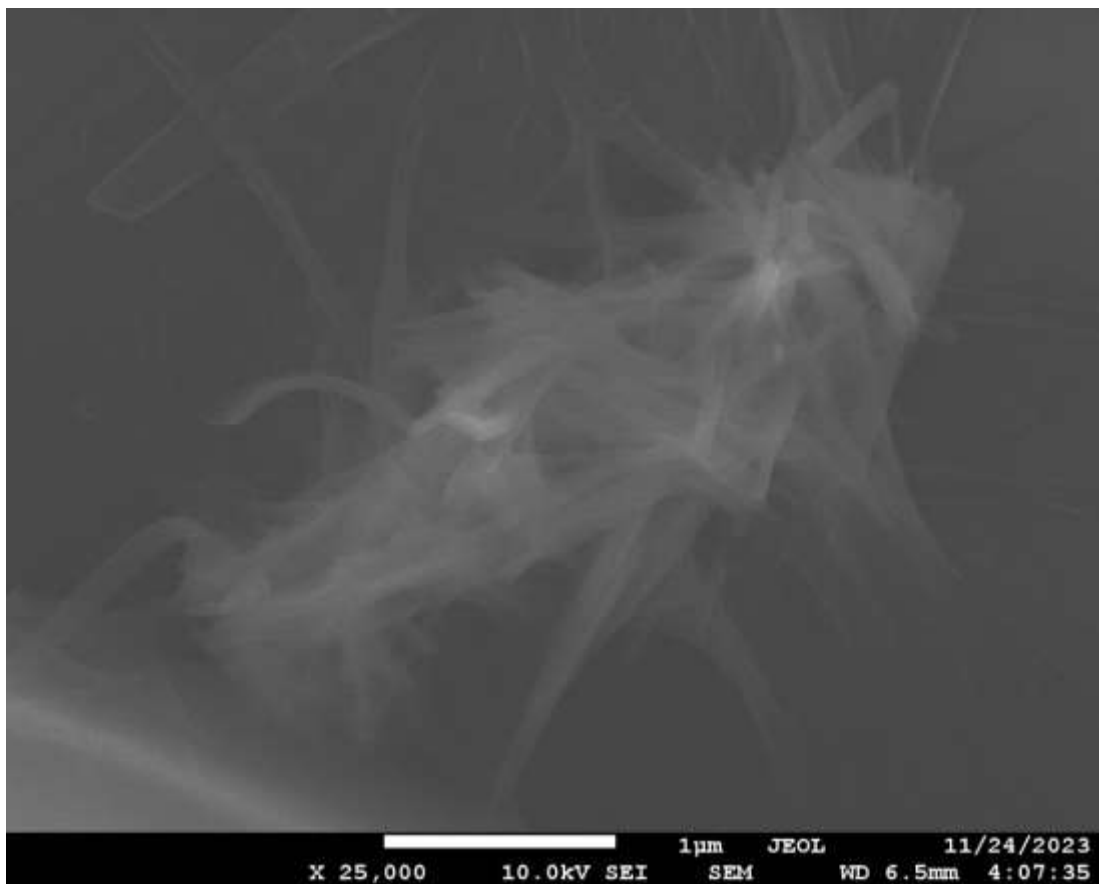


Figura 3.5 Imagen SEM de NPs de fosfato de FeNi.

3.2 Difracción de Rayos X (DRX)

En la figura 3.6 se observa el patrón de difracción de rayos X de las nanopartículas de fosfato de hierro, se aprecia una estructura hexagonal (grupo espacial P63/m, número 176). Se presentan reflexiones $2\theta = 14.610^\circ$, 19.384° , 21.531° y 23.22° , con planos en (400), (330) y (222) respectivamente, de acuerdo a la información reportada de acuerdo a la carta ISCD 00-014-0331. Este patrón de difracción se asocia a la cacoxenita $\text{Fe}_4^{+3}(\text{PO}_4)_3(\text{OH})_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, mineral perteneciente a los fosfatos de hierro con estructura hexagonal.

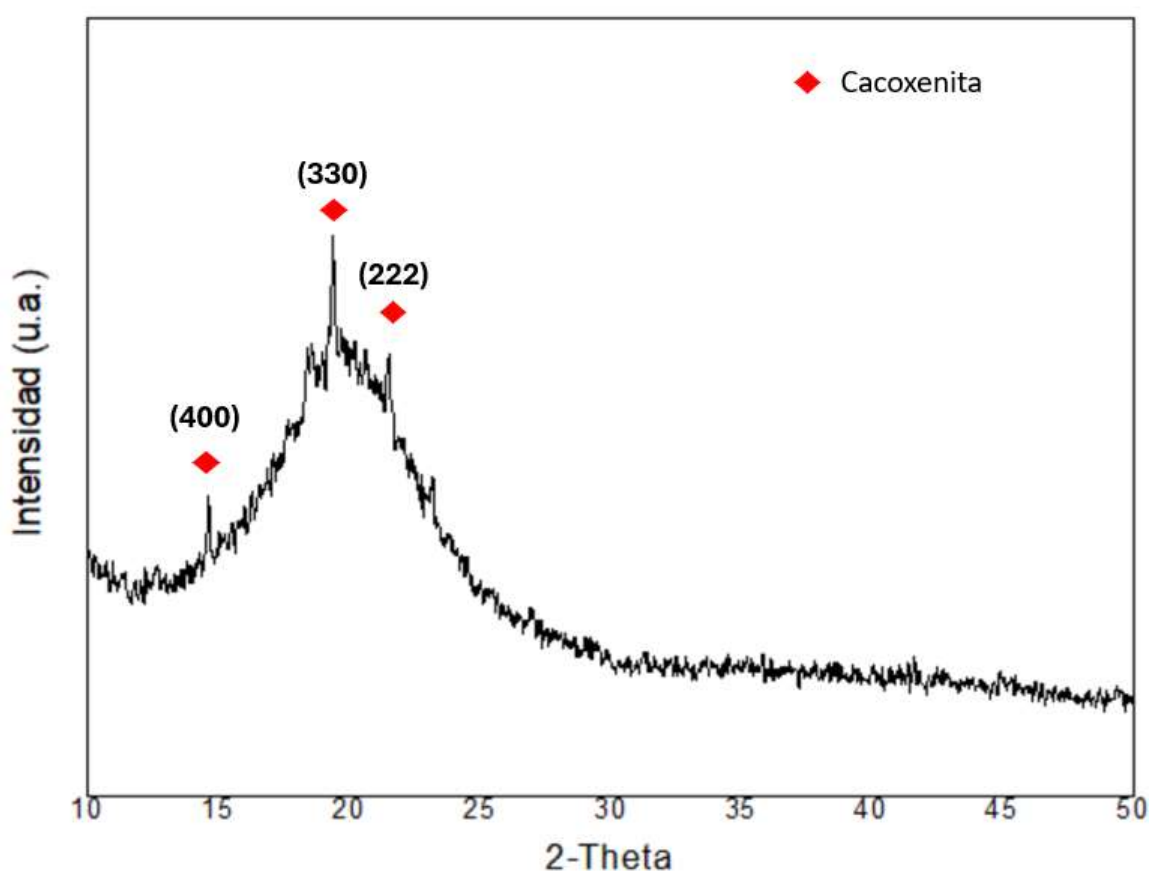


Figura 3.6 Difractograma de NPs de fosfato de Fe.

La figura 3.7 ilustra el difractograma de rayos X de las nanofibras metálicas de hierro-níquel. El patrón de difracción muestra dos fases cristalográficas, la primera con estructura hexagonal, (grupo espacial I-4, número 82), indicativa a la cacoxenita ($\text{Fe}_4^{+3}(\text{PO}_4)_3(\text{OH})_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), mineral de fosfato de hierro con reflexiones $2\theta = 14.642^\circ$, 18.454° , 19.401° y 22.032° , asignados a los planos (400), (112), (330) y (600), acorde a la tarjeta ISCD 00-014-0331. Las reflexiones detectadas en $2\theta = 35.459^\circ$, 41.584° y 45.426° en los planos (-132), (321) y (420), respectivamente, asociados a fosfuro de hierro-níquel con estructura tetragonal (grupo espacial I-4, número 82), información proporcionada por la tarjeta ISCD 00-053-0873.

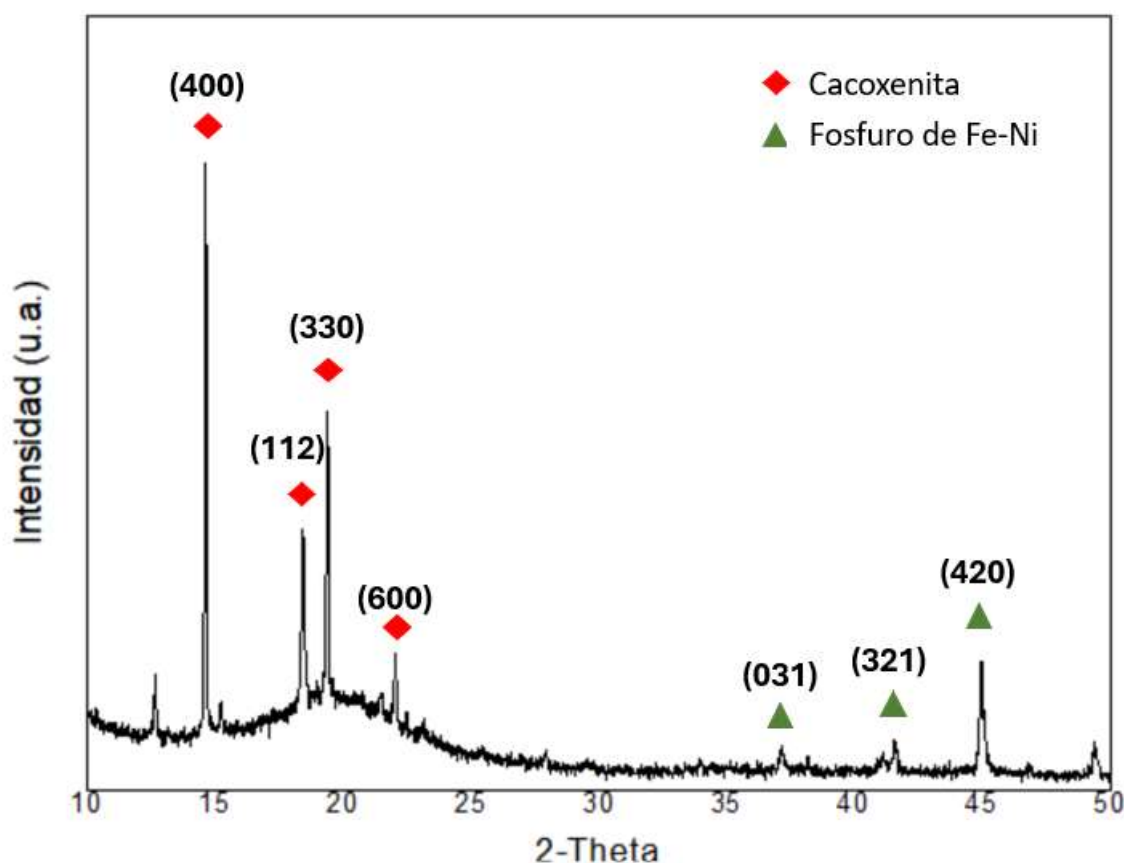


Figura 3.7 Difractograma de NPs de fosfato de FeNi.

3.3 Espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X (XPS)

En la figura 3.8 se observan los resultados del análisis XPS de las nanopartículas de fosfato de hierro, se aprecia un pico predominante que corresponde al carbón (C 1s), en un valor de 285 eV. Esta técnica es efectiva en la detección de los enlaces existentes en la superficie del material a analizar, por tanto, se detectó carbón, como consecuencia de los agentes estabilizantes AO y OAm, en la superficie de los nanomateriales analizados. Estos agentes evitan el crecimiento de las nanopartículas, lo que beneficia en gran manera la actividad catalítica gracias al aumento de la superficie de contacto. Así mismo, el oxígeno (O 1s) fue detectado a 532 eV, perteneciente al grupo hidroxilo, es decir, enlace -OH. Es notable la presencia del oxígeno ya que se presenta la formación de óxidos de hierro, consecuencia de la oxidación del precursor organometálico en conjunto con los agentes estabilizantes, por lo que el estudio de esta técnica detecta los enlaces metal-oxígeno, los cuales apreciaremos a detalle en las siguientes imágenes. La formación de óxidos de hierro en la superficie de nuestro material fue promovida por el oxígeno contenido en la superficie del nanocatalizador sintetizado en ambiente no inerte. Se aprecia el espectro ligado a al hierro (Fe 2p) en la región de entre 740 y 700 eV y por último el fósforo (P 2p), que se encuentra en una región de 138 y 128 eV. Además de estos elementos se encontró silicio en la región de 155 a 145 eV, esto debido al portamuestras en el que se llevó a cabo el análisis.

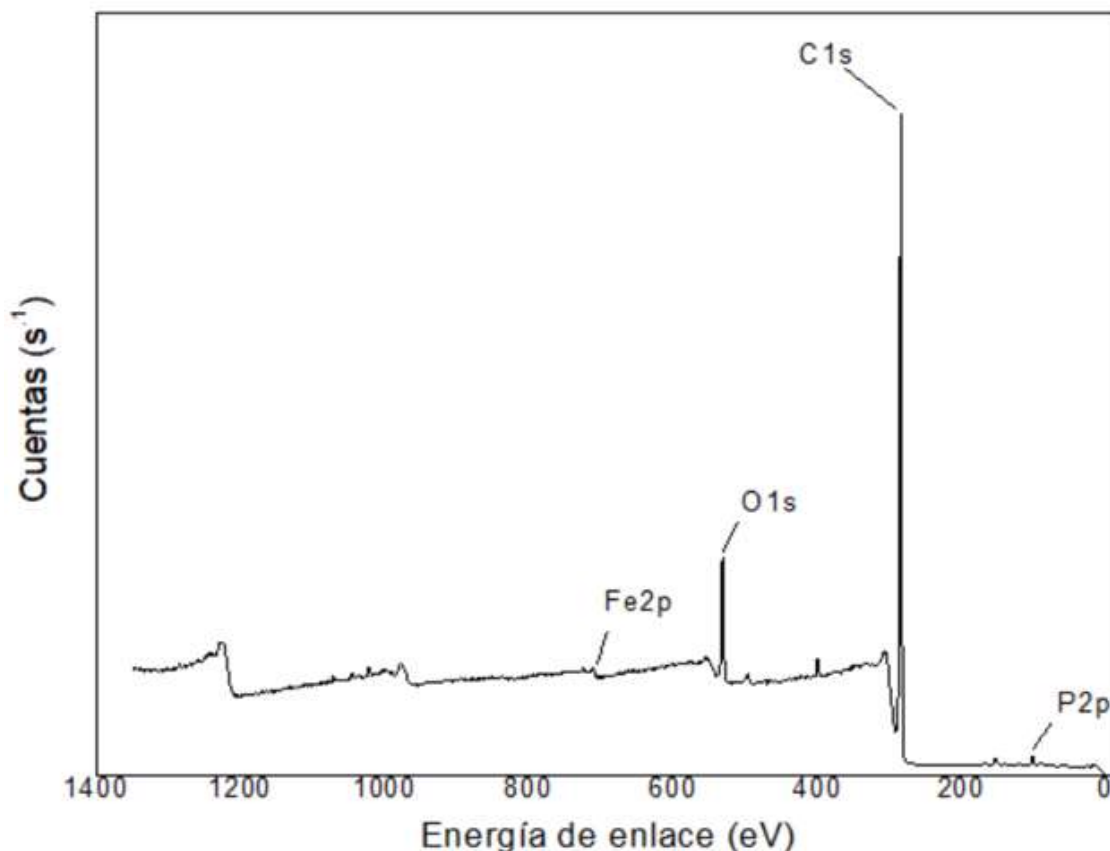


Figura 3.8 Espectro XPS de las NPs de fosfato de Fe.

El espectro XPS de la región Fe 2p se presenta en la figura 3.9 en la que se estudian dos picos a en 710.5 eV y 724.7, que corresponden a enlaces Fe-O. La oxidación de las especies de hierro se observa en los enlaces Fe-O, que puede deberse a la oxidación del precursor organometálico $\text{Fe}(\text{acac})_3$, ya que la síntesis de los nanomateriales tomó lugar en medio no inerte. Esta información también es indicativa de una posible formación de fosfuros que posteriormente fueron oxidados hasta la formación de fosfatos, lo que puede confirmarse en la figura 3.10, en la que se aprecia el enlace P-O, en la superficie de las nanopartículas, tal como lo reportan Ma F. y col. [38], y Mohiuddin y col. [39]. De la misma forma al comparar este análisis con la imagen 3.6, asociada al análisis de difracción de rayos X de las nanopartículas de fosfato de hierro, se observan picos característicos a la caxoxenita, cuya fórmula es $(\text{Fe}^{3+})_{24}\text{AlO}_6(\text{PO}_4)_{17}(\text{OH})_{12} \cdot 75\text{H}_2\text{O}$ y es un tipo de fosfato de hierro.

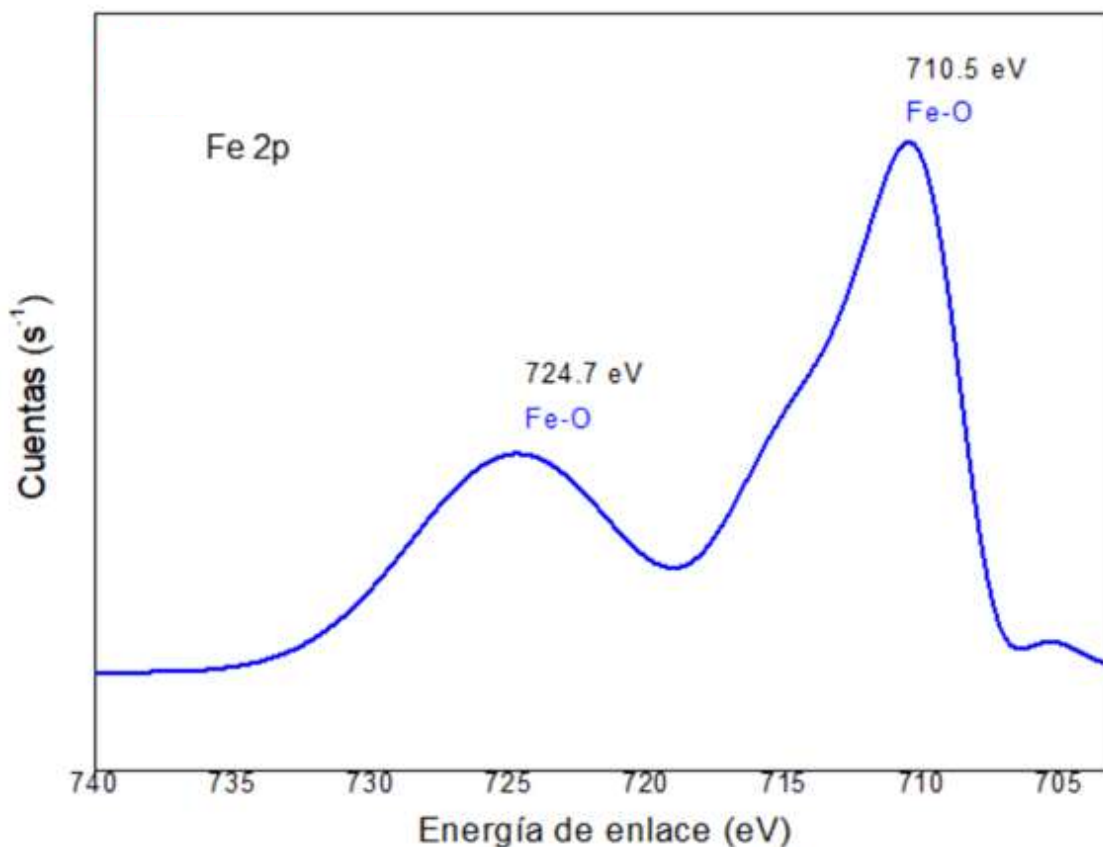


Figura 3.9 Espectro XPS del Fe 2p de las NPs de fosfato de Fe.

En figura 3.10 se representa espectro de la región P 2p, se observa un pico a 133.26 eV, respectivo a un enlace P-O, lo que podría indicarnos la presencia de fosfatos en la superficie de las nanopartículas, esto se comprueba en análisis de la región Fe 2p, en la que se presentan enlaces Fe-O. Esta información podría denotar la formación de fosfuros en la síntesis de las nanopartículas que a consecuencia de la exposición al aire fueron oxidadas hasta su conversión en fosfatos de hierro, como lo reportado por Ma F. y col. [38] y Mohiuddin M. y col., [39].

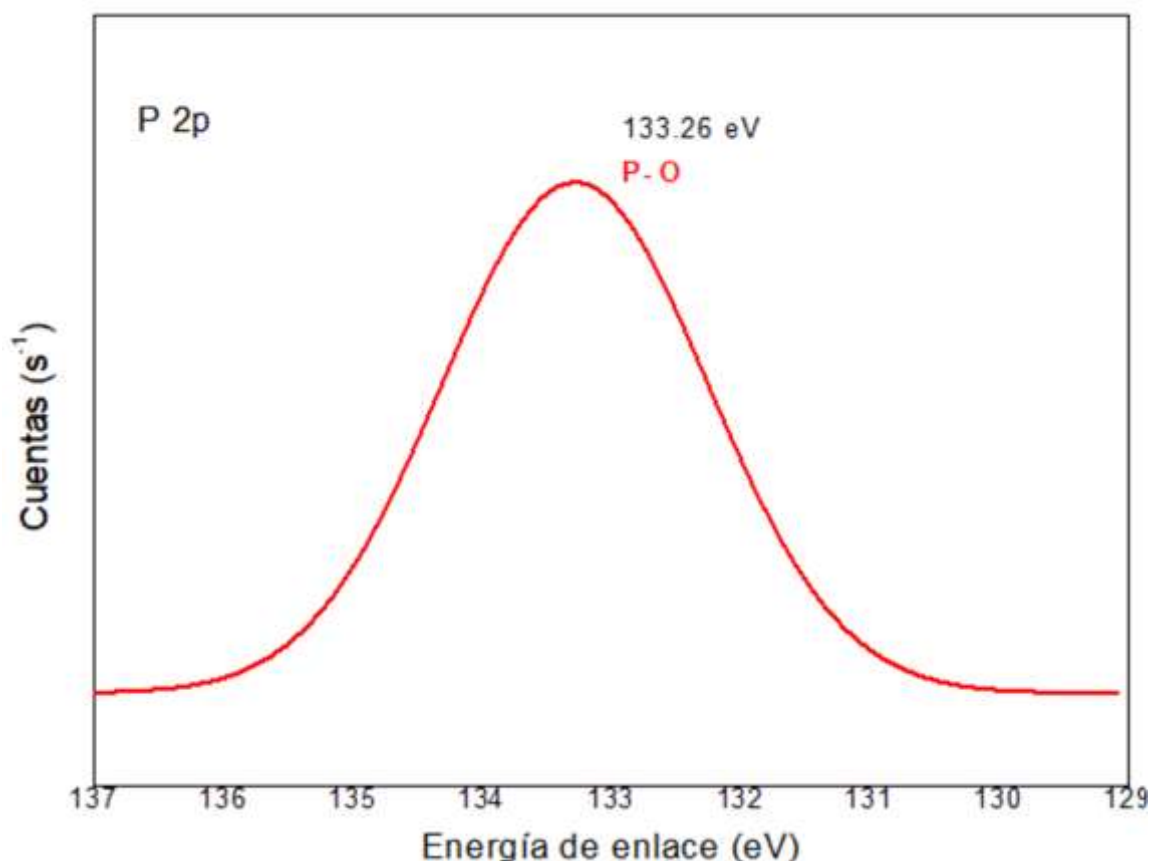


Figura 3.10 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de Fe.

En la figura 3.11 se proyectan los resultados obtenidos del espectro XPS de las nanopartículas de fosfato de níquel. Al igual que las nanopartículas de hierro, el pico de carbono (C 1s), es predominante en comparación con los demás elementos en un valor de 283.88 eV, sabemos que esta técnica detecta los enlaces presentes en la superficie del material analizado, revelando una notable cantidad de carbono debido a la presencia de agentes estabilizantes como el ácido oleico y la oleilamina. Es de suma importancia contar con estos agentes en la superficie del material ya que inhiben la aglomeración de las nanopartículas, garantizando de esta manera una alta superficie de contacto entre el catalizador y los reactantes, lo que se traduce como una buena actividad catalítica. Por otro lado, se destaca también la existencia de oxígeno (O 1s) a 530.78 eV, que es referente al grupo hidroxilo (-OH). Gracias a esta técnica fue posible la identificación de enlaces metal-oxígeno, por lo que podemos asumir

una posible formación de óxidos de níquel. En la imagen, se observa la presencia de hierro (Ni 2p) en la región de entre 740 y 700 eV, así como la presencia de fósforo (P 2p) en una región de 138 a 128 eV. Además de estos elementos, se detectó silicio, atribuible al portamuestras utilizado durante el análisis.

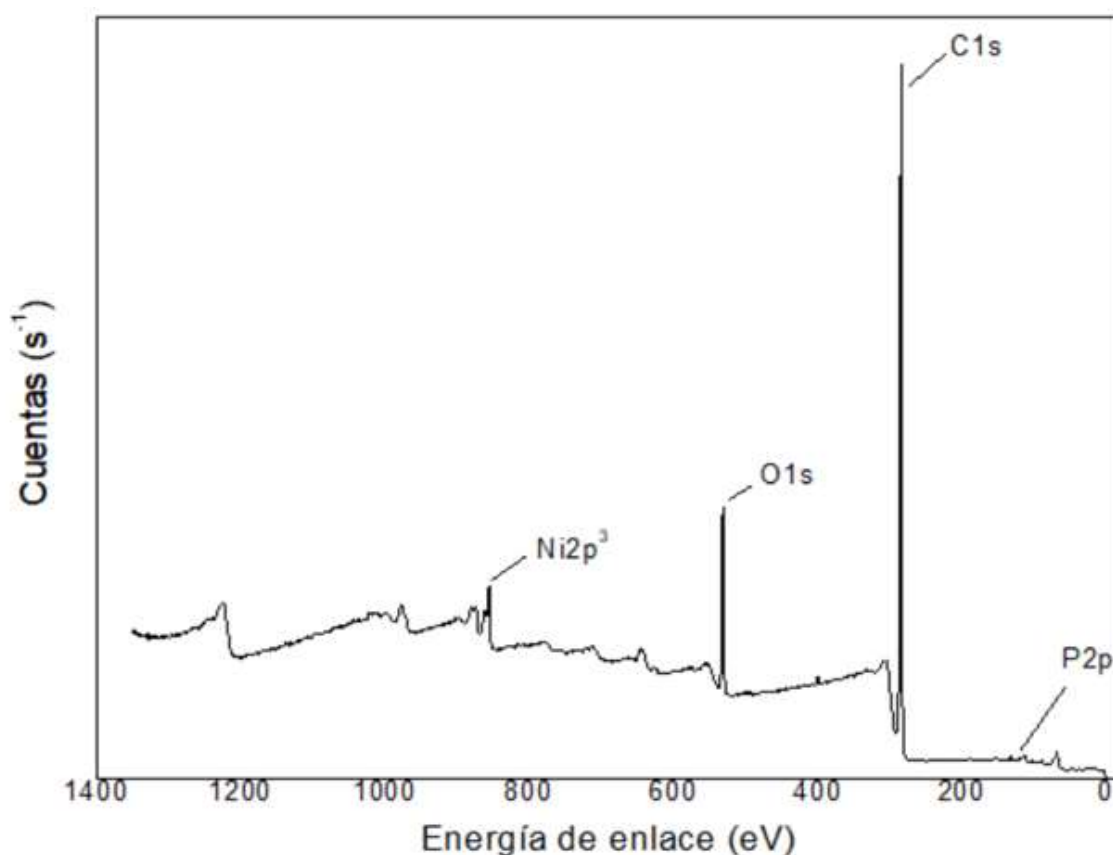
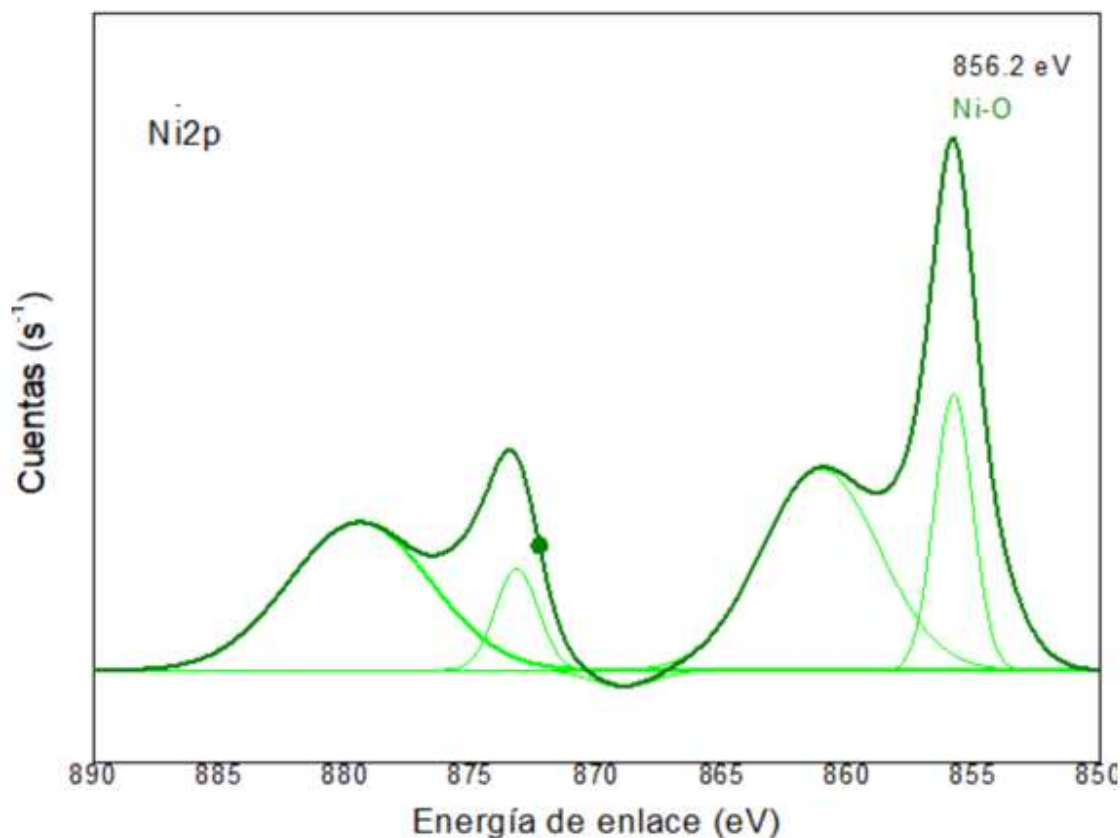


Figura 3.11 Espectro XPS de las NPs de fosfato de Ni.

En la figura 3.12 se presenta el espectro XPS del níquel (Ni 2p) en la región 890-850 eV, tenemos un pico a 856.2 eV que corresponde a un enlace de tipo metal-oxígeno, es decir, Ni-O, lo que podría indicar la presencia de un fosfato de níquel, esta información puede corroborarse al hacer una comparativa con la figura con la figura 3.11 en la que se presenta una gran cantidad de oxígeno en la superficie de las nanopartículas así como también en la figura 3.13, del espectro correspondiente al fósforo (P 2p), en la que se indica el enlace P-O.

Estos resultados pueden deberse a la formación de fosfuros de níquel y su posterior oxidación, dando como resultado fosfato de níquel.

Figura 3.12 Espectro XPS del Ni 2p de las NPs de fosfato de Ni.



La figura 3.13 exhibe el espectro que pertenece a la región 137-129 eV del P 2p. Se observa un pico a 132.6 eV, que corresponde a enlaces metal-fosfato, donde se presenta un enlace P-O, este análisis superficial nos indica la formación de fosfatos las nanopartículas sintetizadas. El enlace metal-fosfato que a 132.6 eV se comprueba al comparar con espectro del Ni 2p en la figura 3.12, en el cual son detectados enlaces Ni-O debidos a la oxidación de nuestro precursor organometálico y las condiciones de reacción llevadas a cabo en exposición de aire. Tal como lo reportado por Bui. P. y col., [40] y Xiong, D. y col., [41].

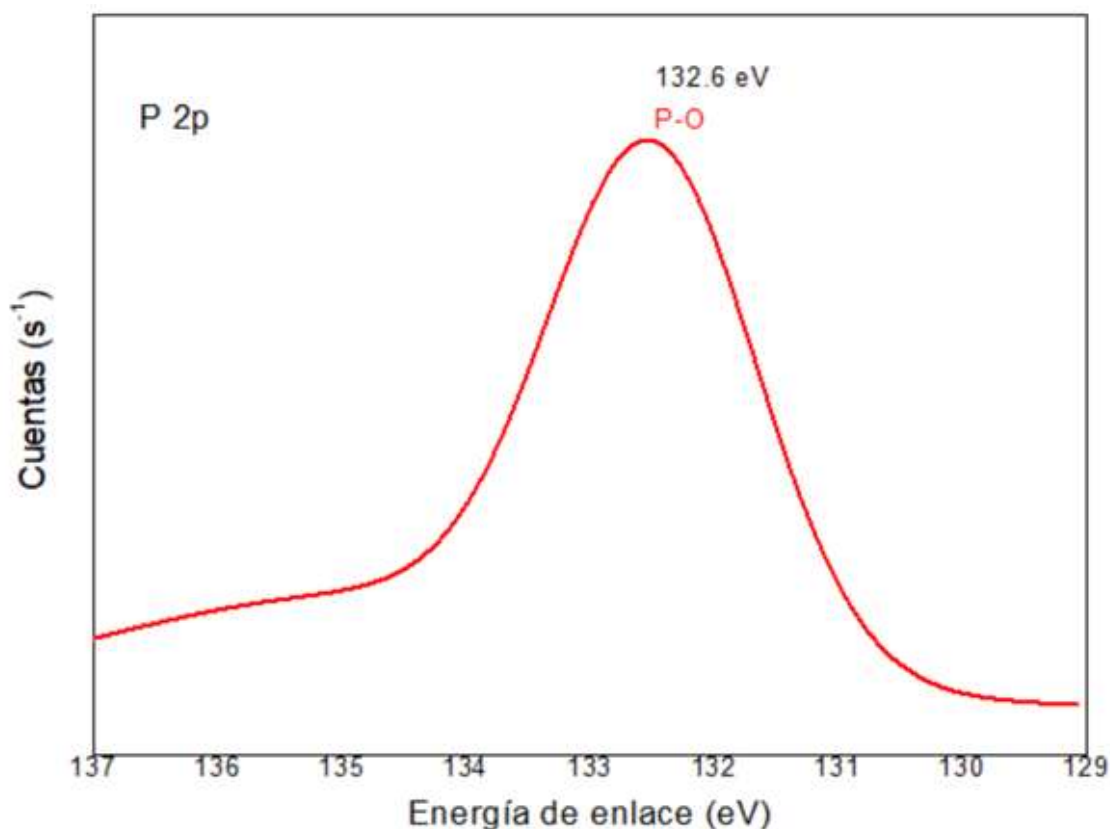


Figura 3.13 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de Ni.

En la figura 3.14 presenta el espectro XPS de las nanofibras de fosfato de FeNi. Esta técnica nos permite analizar los elementos en la superficie del material, los cuales son carbono (C1s), oxígeno (O 1s), hierro (Fe 2p) y níquel (Ni 2p), también se detectó silicio, que es asociado al portamuestras en el que se hizo la medición. En 283.76 eV se encuentra el pico referente al carbono (C 1s), su intensidad es mayor en comparación con los demás elementos ya que la superficie del material está recubierta con orgánicos que les dan estabilidad a las nanopartículas ya que inhiben su crecimiento y aglomeración, lo que promueve una buena actividad catalítica por el aumento de la superficie de contacto. Otro de los elementos de importancia en el espectro es el oxígeno en un valor de 530.78, que se asocia al radical hidroxilo (O-H). La presencia del oxígeno nos indica una posible formación de óxidos metálicos y fosfatos. Los enlaces metálicos contenidos en el material fueron encontrados en las regiones 740-700 eV y 890-850 eV, señales características del al hierro (Fe 2p) y níquel

(Ni 2p) respectivamente. Los enlaces relacionados con el fósforo (P 2p) se observan en la región de 136-130 eV.

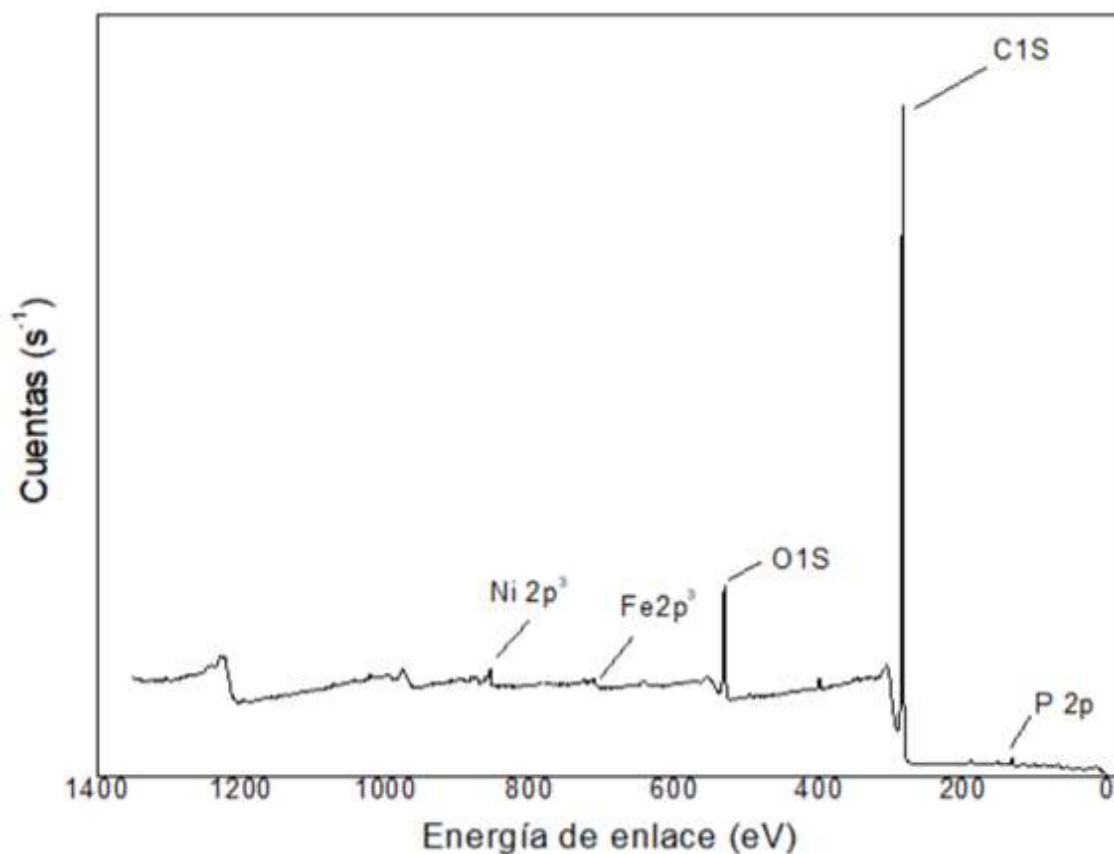


Figura 3.14 Espectro XPS de las NPs de fosfato de FeNi.

En la figura 3.15 se presenta el espectro de la región Fe 2p, que revela dos picos relacionados a enlaces metal-oxígeno, en este caso Fe-O. La oxidación de las especies de hierro, evidenciada en los enlaces Fe-O, podría ser producto de la formación de fosfatos en la superficie de las nanofibras, provocado por la exposición al oxígeno al momento de la síntesis. De acuerdo a la figura 3.14 se detecta una gran proporción de oxígeno en el nanomaterial, lo que promovió la oxidación. Así mismo en la figura 3.17 se aprecian los enlaces P-O, lo que indica la presencia de fosfatos metálicos. Tal como lo reportan Ma F. y col., [38] y Mohiuddin M. y col., [39].

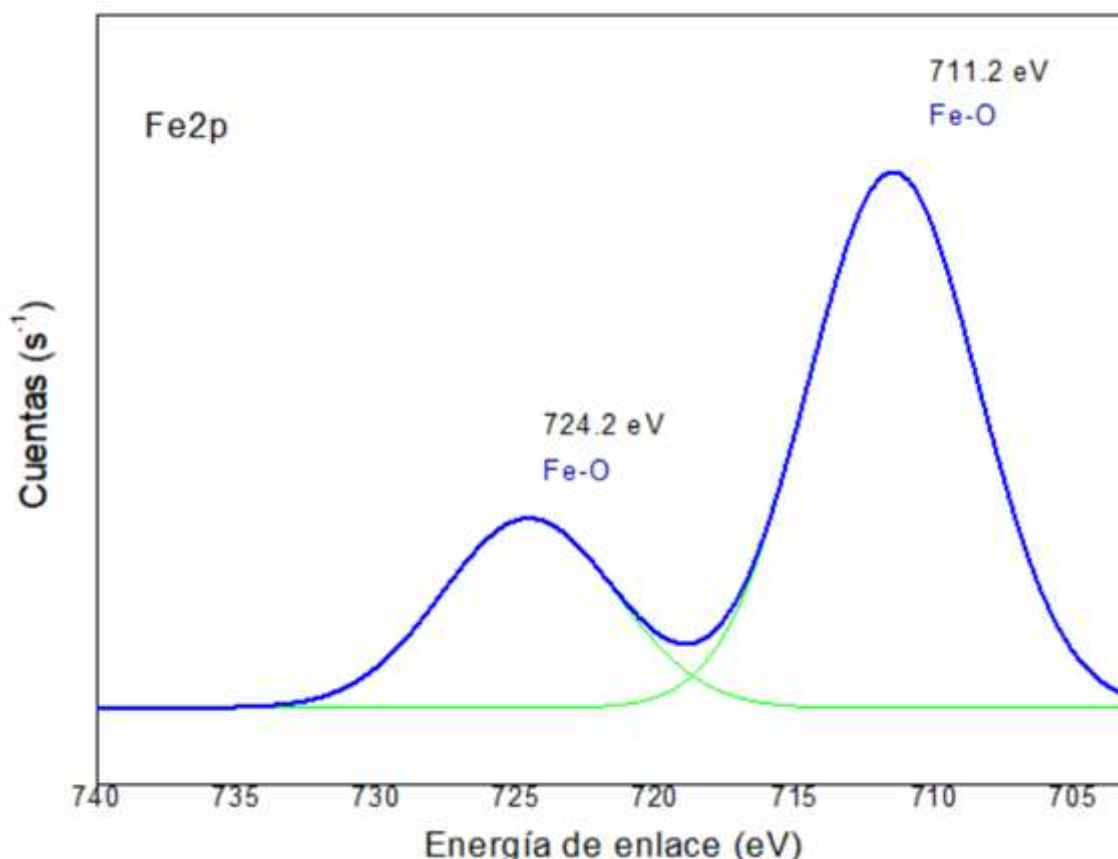


Figura 3.15 Espectro XPS del Fe 2p de las NPs de fosfato de FeNi.

La figura 3.16 proyecta el espectro XPS del níquel (Ni 2p) en el intervalo de energía de 890 a 850 eV. Se observa un pico a 856.2 eV que indica la existencia de un enlace metal-oxígeno, específicamente Ni-O, lo que sugiere la presencia de fosfato de níquel. Esta conclusión se respalda al compararlo con la figura 3.14, donde se evidencia una notable cantidad de oxígeno en la superficie de las nanopartículas, y considerando que el fósforo fue introducido en la reacción a través de la trifenilfosfina. Estos hallazgos sugieren la posible formación de fosfuros de níquel seguida de su oxidación, generando como producto final el fosfato de níquel (Bui. P. y col., [40] y Xiong, D. y col., [41]). La figura 3.7 confirma esta información debido a que se observan picos característicos de fosfuros de hierro-níquel en una menor intensidad comparados con los picos pertenecientes a los fosfatos de hierro, en los que se

identificó la caco xenita, mineral con fórmula $((\text{Fe}^{3+})_{24}\text{AlO}_6(\text{PO}_4)_{17}(\text{OH})_{12} \cdot 75\text{H}_2\text{O})$ que es un tipo de fosfato de hierro.

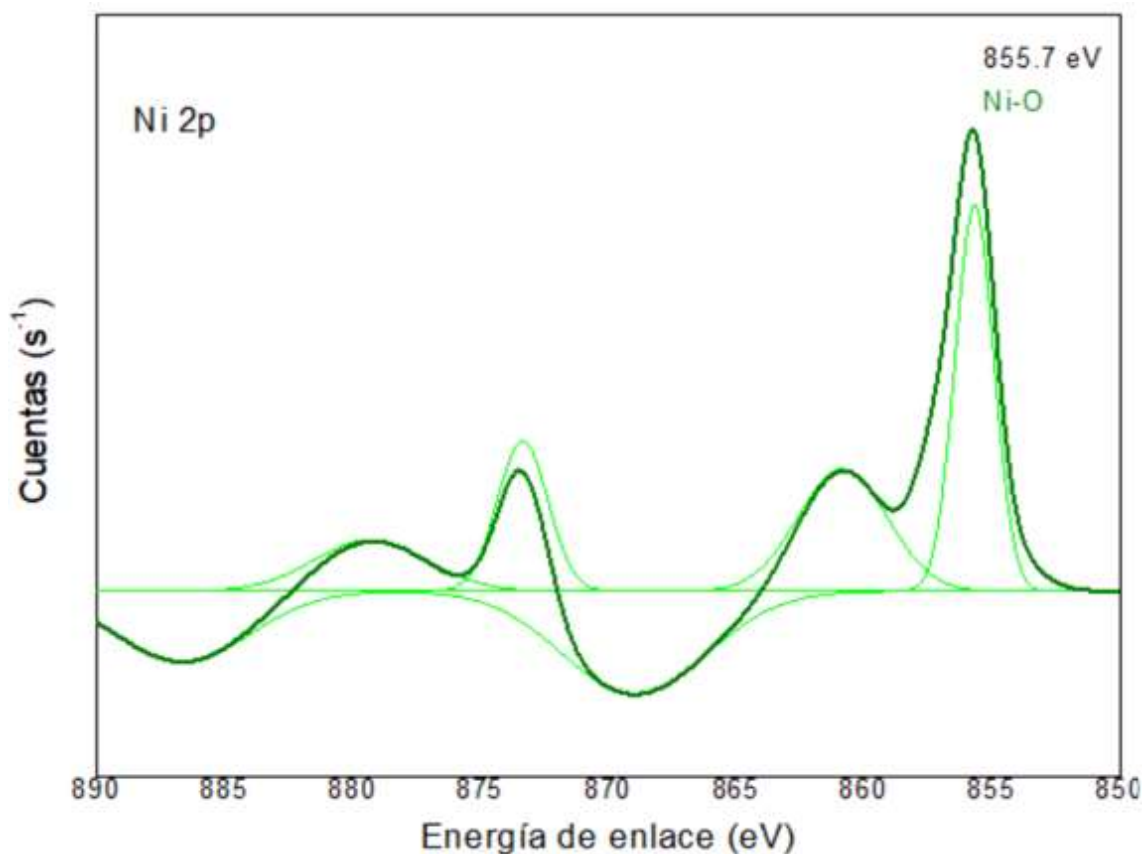


Figura 3.16 Espectro XPS del Ni 2p de las NPs de fosfato de FeNi.

La figura 3.17 exhibe el espectro XPS de 137 a 129 eV, que del fósforo P 2p. Se destaca un pico en 132.3 eV, que indica enlaces metal-fosfato, en este caso P-O que al compararlo con el espectro del Ni 2p, presentado en la figura 3.15 donde se identifican enlaces Ni-O y también con el espectro del Fe 2p, que muestra enlaces Fe-O, se podría inferir en la formación de fosfatos en la superficie de las nanofibras sintetizadas provocado por las condiciones de reacción en ambiente de aire.

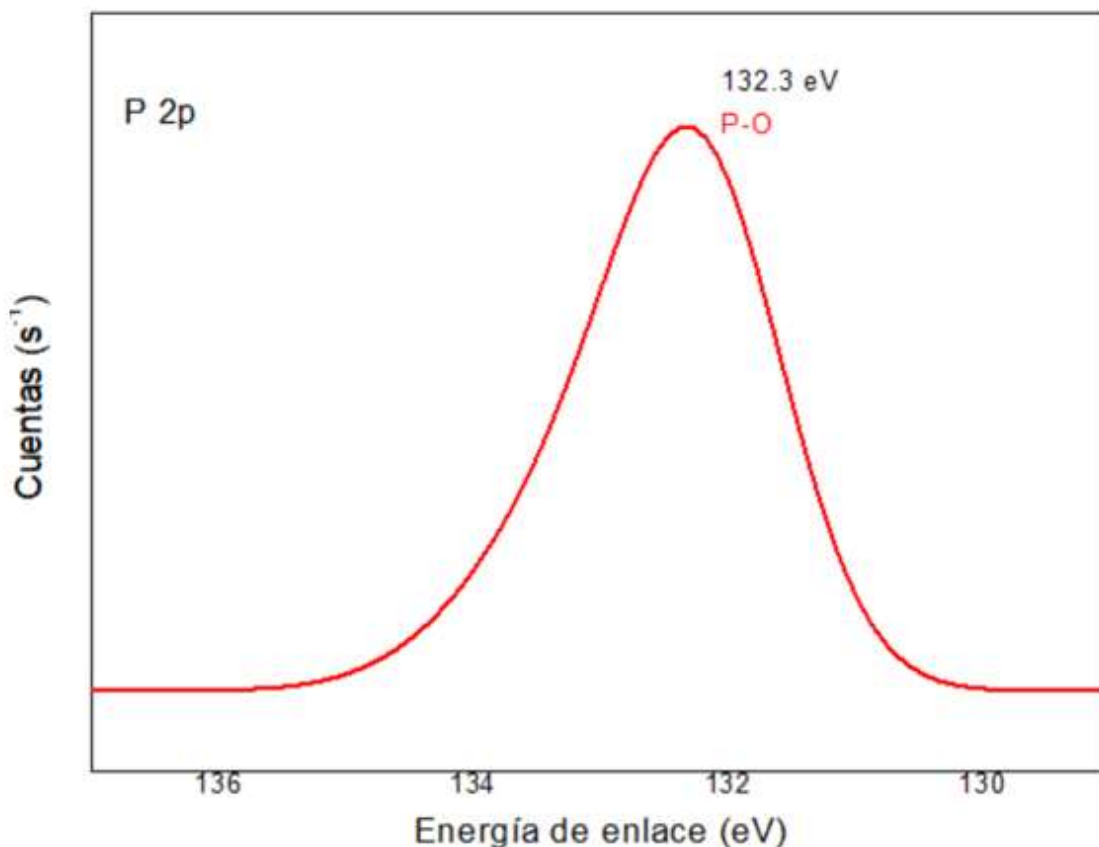


Figura 3.17 Espectro XPS del P 2p de las NPs de fosfato de FeNi.

Los resultados XPS de los tres nanomateriales sintetizados de fosfato de Fe, Ni y Fe-Ni indican la formación de fosfuros que debido a la exposición al aire fueron rápidamente oxidados, lo que justifica los enlaces metal oxígeno Fe-O y Ni-O. Esto puede comprobarse en los resultados de DRX donde se detectaron picos de baja intensidad asociados a fosfuros. De acuerdo a lo reportado por Davar y col. [42], sintetizaron nanopartículas de Ni y NiO usando bis(2-hidroxiacetofenato) de níquel (II) como precursor y oleilamina como solvente. La figura 3.18 muestra un esquema general de la reacción en la que mediante descomposición térmica se rompen los enlaces de Ni con el precursor, posteriormente se añadió TPP. Se obtuvieron nanopartículas de Ni, que posteriormente sufrieron exposición al aire provocando su oxidación a NiO.

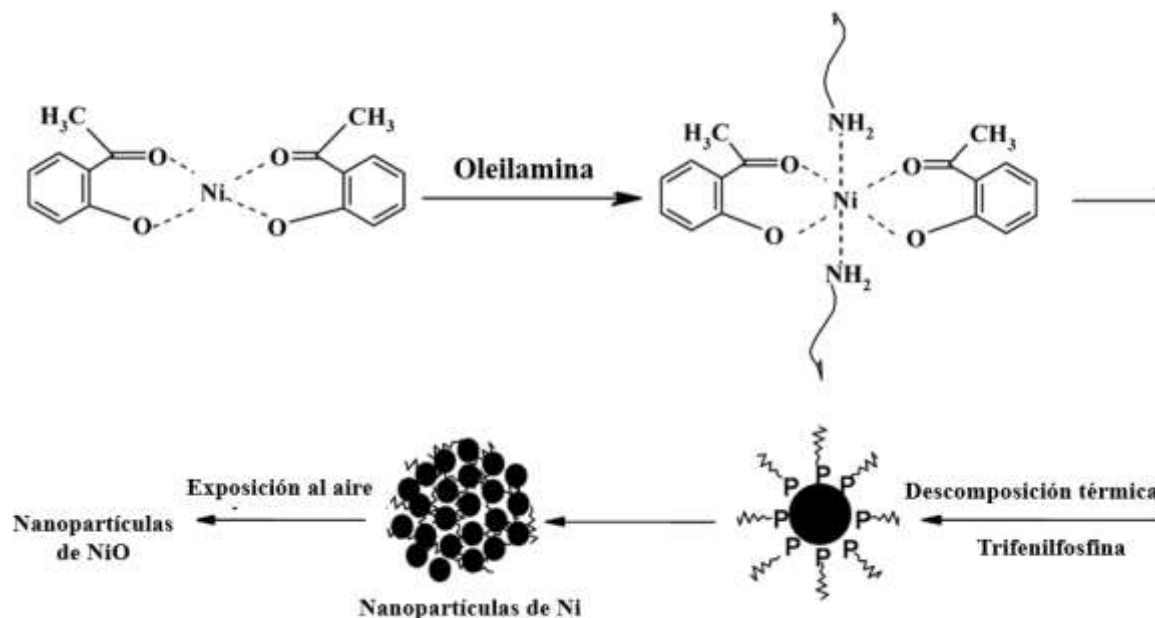


Figura 3.18. Esquema de síntesis de nanopartículas de Ni y NiO [42].

Aunque Davar y col., [42], usaron un precursor distinto, se evidencia el hecho de que si ciertos materiales son sintetizados en un medio no inerte, existe una alta posibilidad de que sean oxidados. Los fosfuros se oxidan fácilmente en condiciones ambientales y al exponerse al aire forman rápidamente óxidos y/o fosfatos. Los tres nanomateriales sintetizados presentaron enlaces metal-oxígeno y P-O, indicando la presencia de fosfatos.

3.4 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Los resultados del análisis FTIR de las nanopartículas de fosfato de hierro se presentan en la figura 3.19. Las nanopartículas fueron analizadas de dos maneras, disueltas en solvente y secas. Los espectros de los agentes estabilizantes OAm y AO adsorbidos a la superficie del material son representados en la figura 3.19a y b. Finalmente, las nanopartículas de fosfato de hierro en suspensión en acetona, fueron analizadas y plasmadas en la curva 3.19c. Comparando los espectros de la OAm y el AO con las nanopartículas en suspensión, encontramos similitudes en las bandas asociadas a vibraciones del grupo C=O, a 1708 cm^{-1} para las nanopartículas comparadas con el AO. La información obtenida del espectro de las nanopartículas de fosfato de hierro nos da indicios de que las señales de los grupos que pertenecen a la OAm y el AO pudieron ser menos notorias comparadas con las del solvente, es por esto que solo encontramos una similitud entre las nanopartículas y el AO, asociada al grupo C=O.

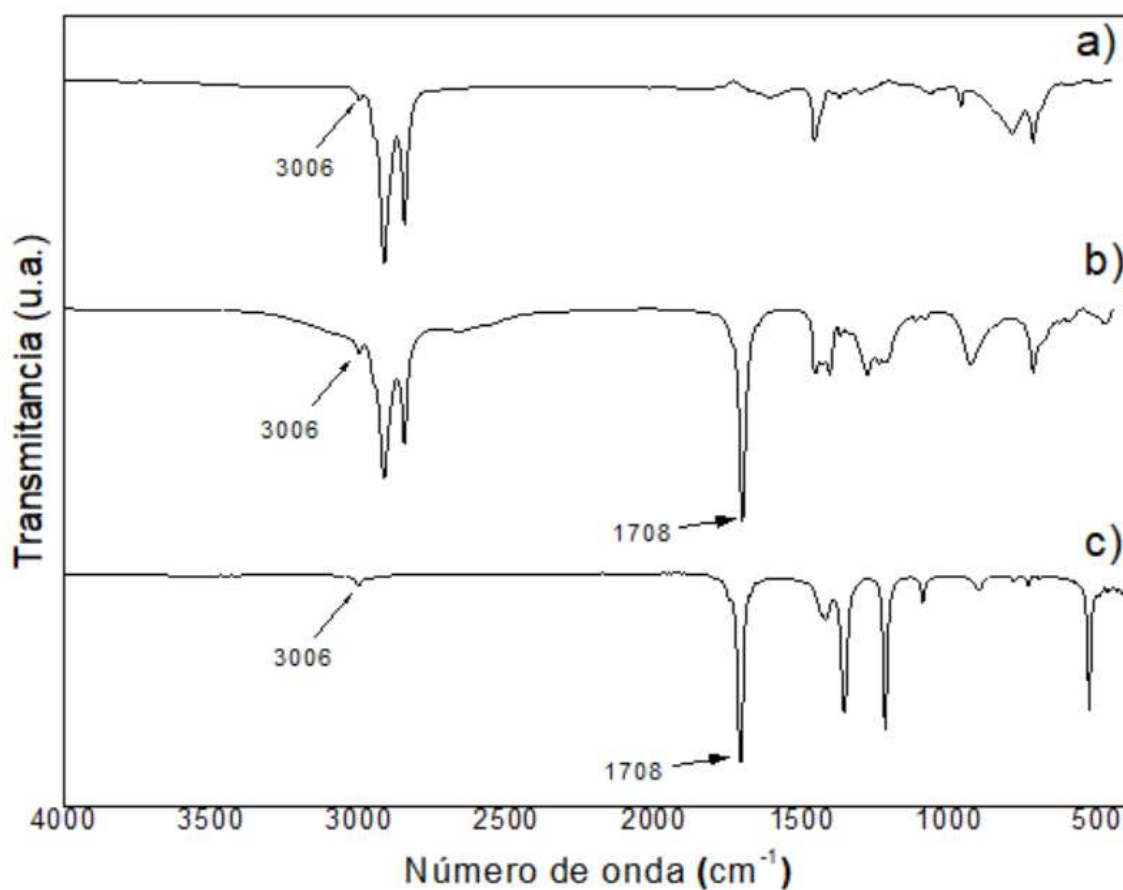


Figura 3.19 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Fe en suspensión.

El espectro de las nanopartículas de fosforo de hierro secas se encuentra en la figura 3.20c, que a su vez fue comparado con los espectros de la OAm y el AO, figuras 3.20a y 3.20b, respectivamente. Se presentan grandes similitudes entre estos, en comparación con el material en suspensión. Se observa una señal a 3006 cm^{-1} para la OAm y el AO, la cual corresponde a vibraciones asociadas al grupo $=\text{C-H}$, que igualmente podemos apreciar en el material analizado en 3005 cm^{-1} . El grupo C-H, fue detectado entre 2921 y 2854 cm^{-1} . En un intervalo de entre 1400 - 900 cm^{-1} , se observan las bandas que pertenecen a grupos CH_3 , CH_2 , COOH . Finalmente, a 722 cm^{-1} , podemos observar una señal característica de las vibraciones del grupo C-C.

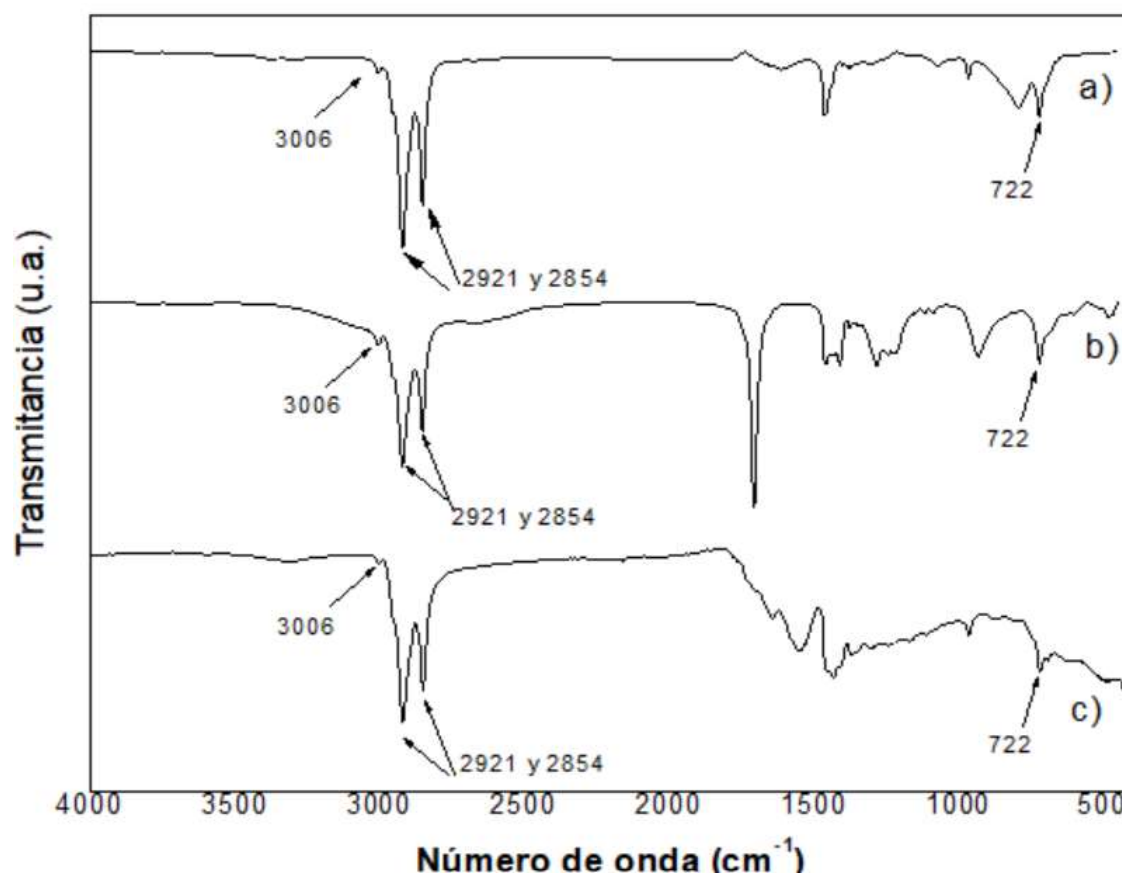
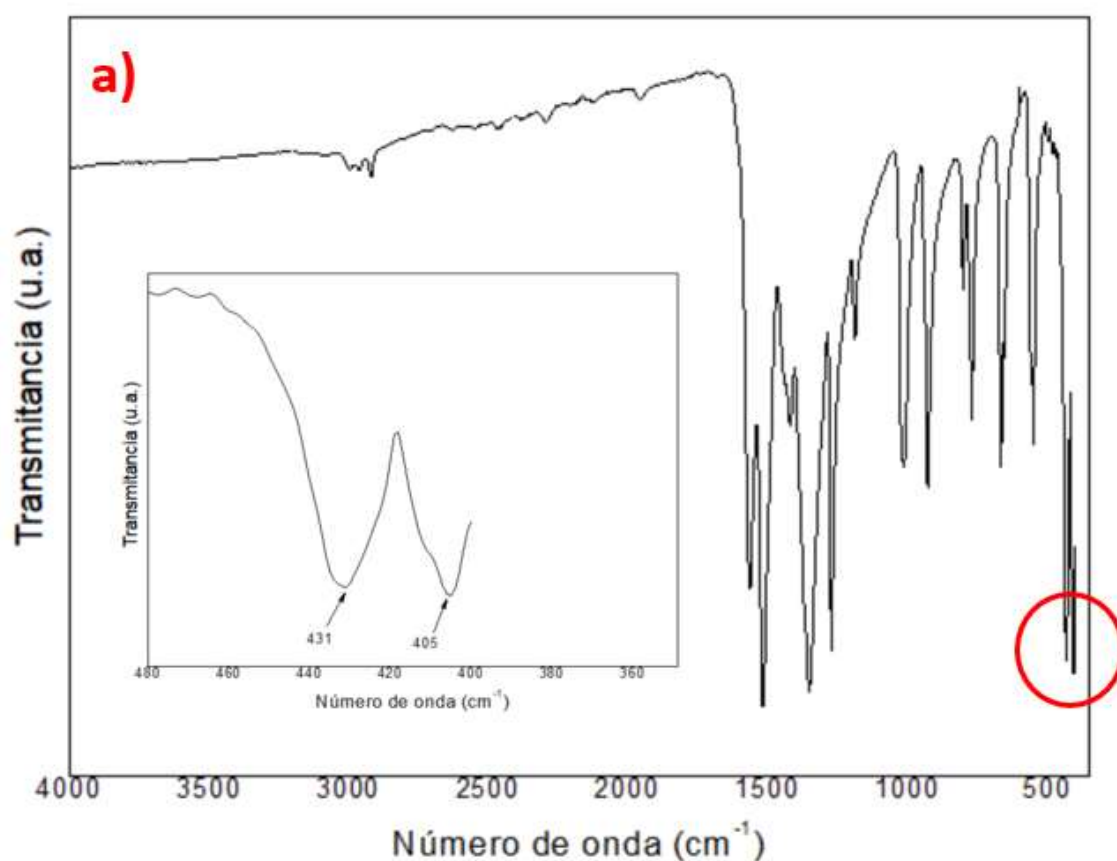


Figura 3.20 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Fe secas.

En la figura 3.21a representa el espectro del $\text{Fe}(\text{acac})_3$, en el que se observan vibraciones características de enlaces Fe-O y un acercamiento para una mejor apreciación de las bandas a 431 cm^{-1} y 405 cm^{-1} , mismas que se ilustran en la figura 3.21b que pertenece a las nanopartículas de fosfato de hierro en suspensión y 3.21c a las nanopartículas secas. Las bandas Fe-O en las nanopartículas se presentan con una menor intensidad debido a la cobertura de estas por los agentes estabilizantes OAm y AO, cuyos grupos funcionales aparecen con una mayor intensidad.



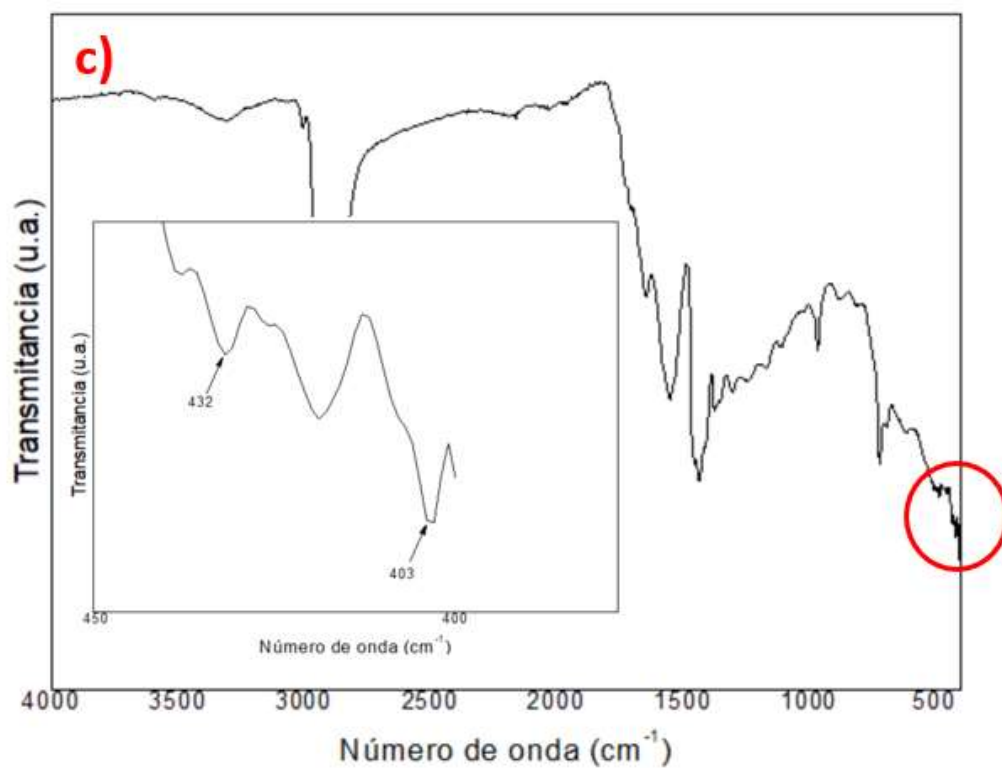
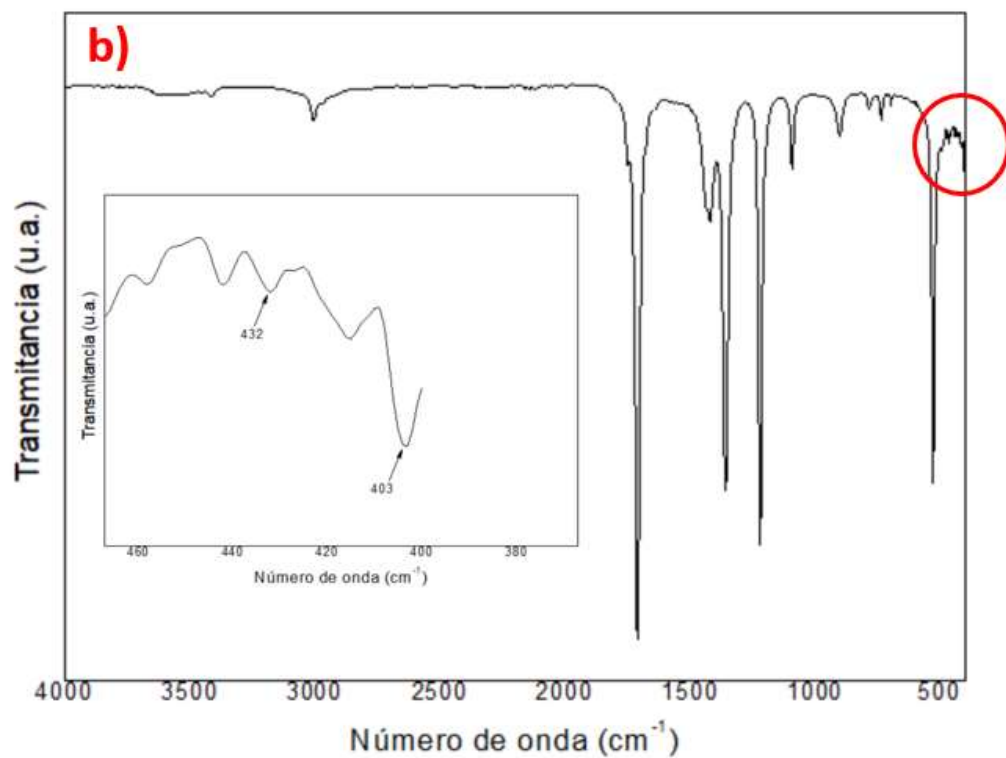


Figura 3.21 Espectro FTIR de a) $\text{Fe}(\text{acac})_3$, b) NPs de fosfato de Fe y c) NPs secas de fosfato de Fe.

La figura 3.22 representa los espectros FTIR de las nanopartículas de fosfato de níquel, los agentes estabilizantes, OAm y AO, 3.22a y 3.22b respectivamente y la figura 3.22c de las nanopartículas en suspensión de tolueno. Al comparar los espectros de los agentes estabilizantes y las nanopartículas, se aprecian vibraciones similares en 2921 cm^{-1} , valor asociado a las vibraciones de los grupos C-H. El grupo CH_3 fue detectado a 1460 cm^{-1} , referente al ácido oleico. Finalmente, se observa una banda característica de los agentes estabilizantes en las nanopartículas a 722 cm^{-1} , relacionada con flexiones de grupos C-C.

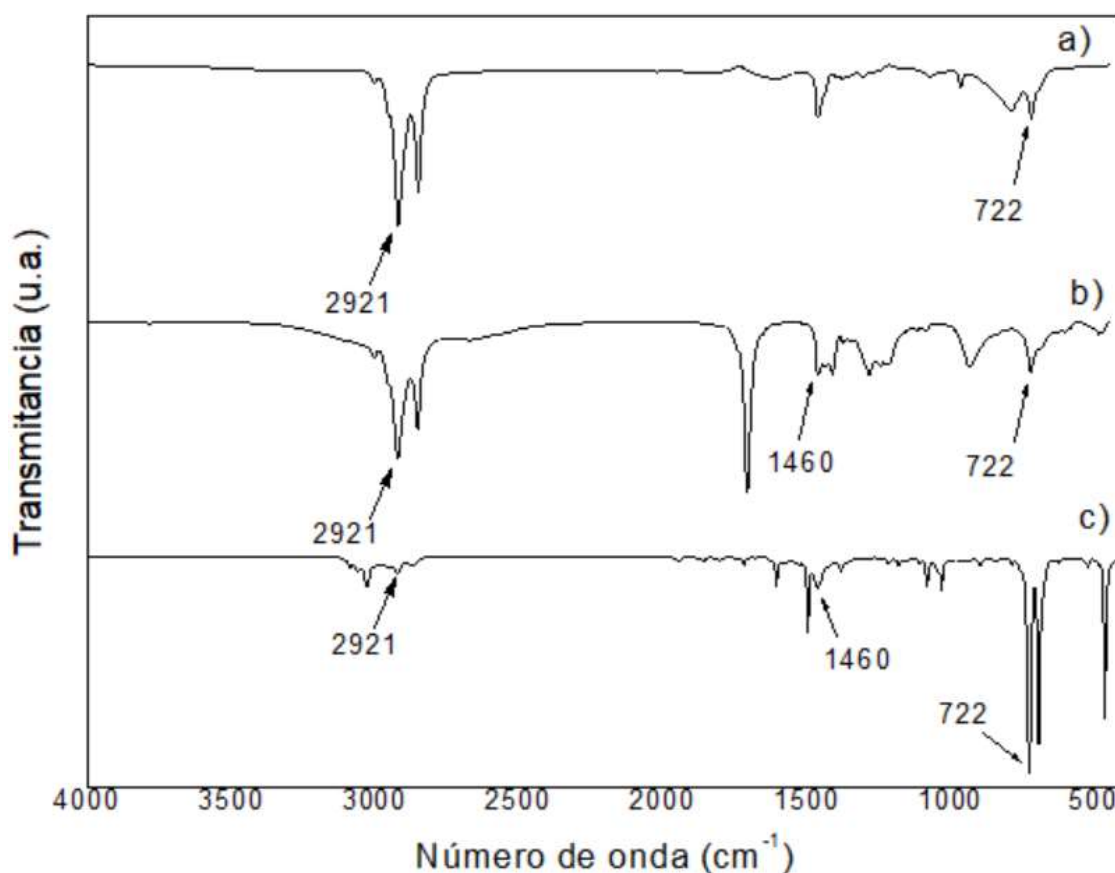


Figura 3.22 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Ni en suspensión.

La figura 3.23 representa el espectro de las nanopartículas de fosfato de níquel secas, 3.23c, comparadas con los espectros correspondientes a OAm y AO, 3.22a y 3.22 b respectivamente. Las bandas detectadas a 2922 y 2853 cm^{-1} en las nanopartículas secas coinciden con vibraciones de estiramiento simétricas y asimétricas de grupos C-H,

característicos de la OAm y AO. Se detectó una banda más débil a 3006 cm^{-1} , la cual es característica de flexiones (δ) de los grupos $=\text{C-H}$. Las vibraciones de los grupos CH_3 terminal y CH_2 a 1412 cm^{-1} , grupo funcional característicos del AO. Se detectó el grupo C-C a 722 cm^{-1} , perteneciente a la OAm y AO.

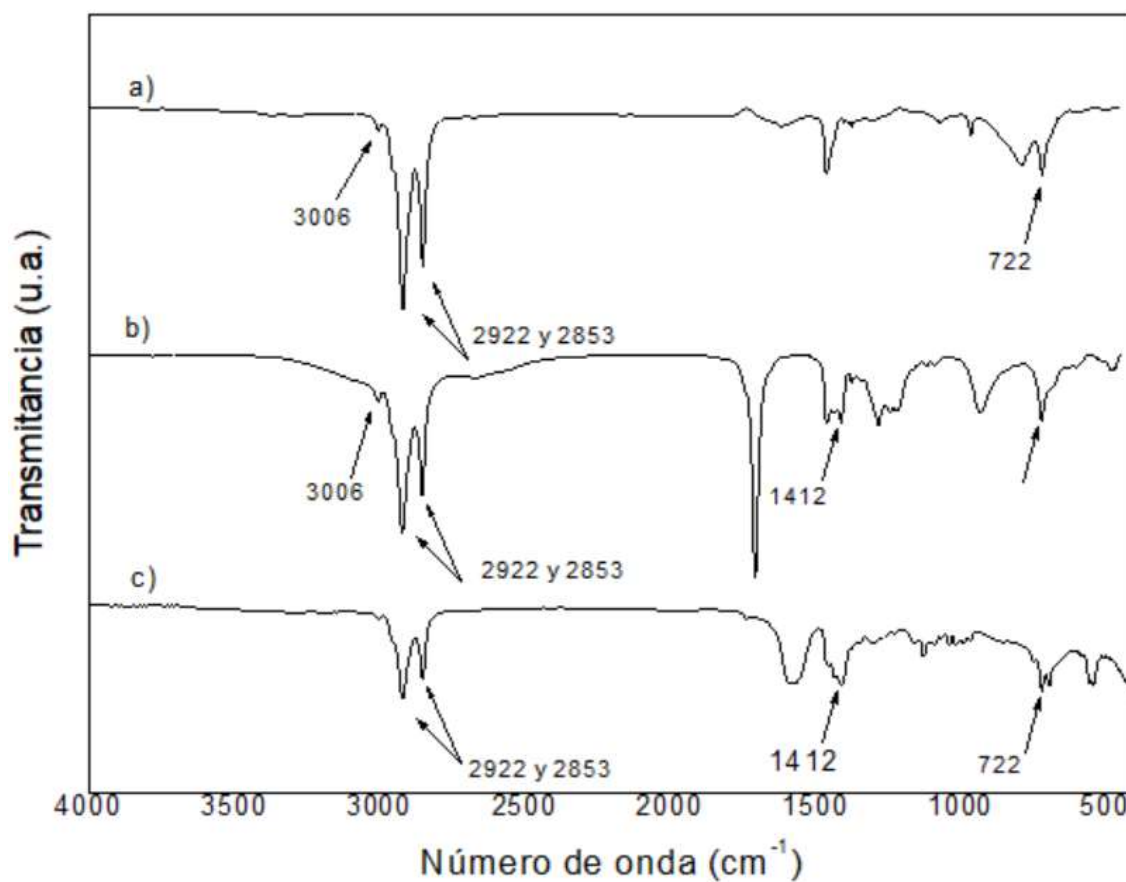
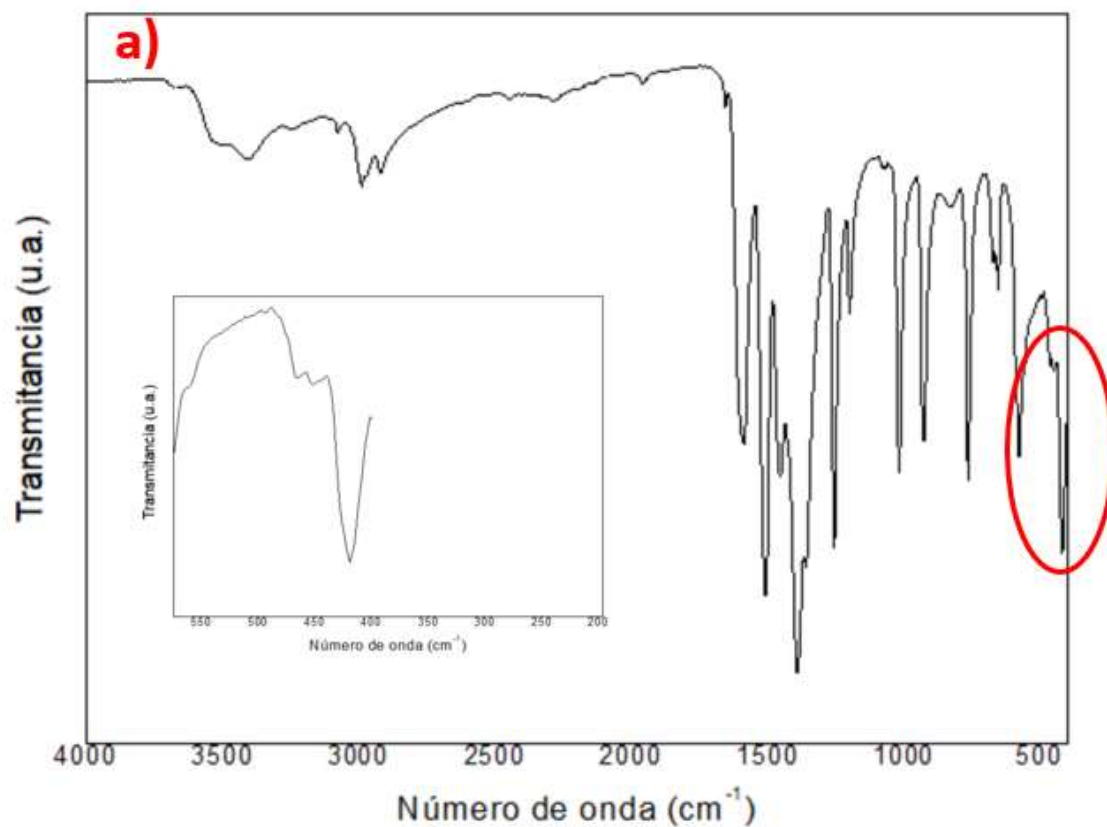


Figura 3.23 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de Ni secas.

En la figura 3.24 se aprecia el espectro que presenta las vibraciones del enlace Ni-O, que se estudian en la región de 465 cm^{-1} a 420 cm^{-1} . La figura 3.23a corresponde al espectro del Ni(acac)₂, mientras que las figuras 3.24b y 3.24c, a las nanopartículas de fosfato de níquel disueltas en tolueno y secas, respectivamente. Cabe destacar que, en el caso de los espectros de las nanopartículas, la intensidad de los enlaces Ni-O es menor en comparación a los mismos enlaces del Ni(acac)₂, esto a consecuencia de que la intensidad de los grupos funcionales característicos de los agentes estabilizantes OAm y AO, es mayor.

A su vez, si comparamos la intensidad de las señales emitidas por las nanopartículas en suspensión, con las nanopartículas secas, observamos que estas últimas presentan mayor intensidad en la región que corresponde a los enlaces Ni-O.



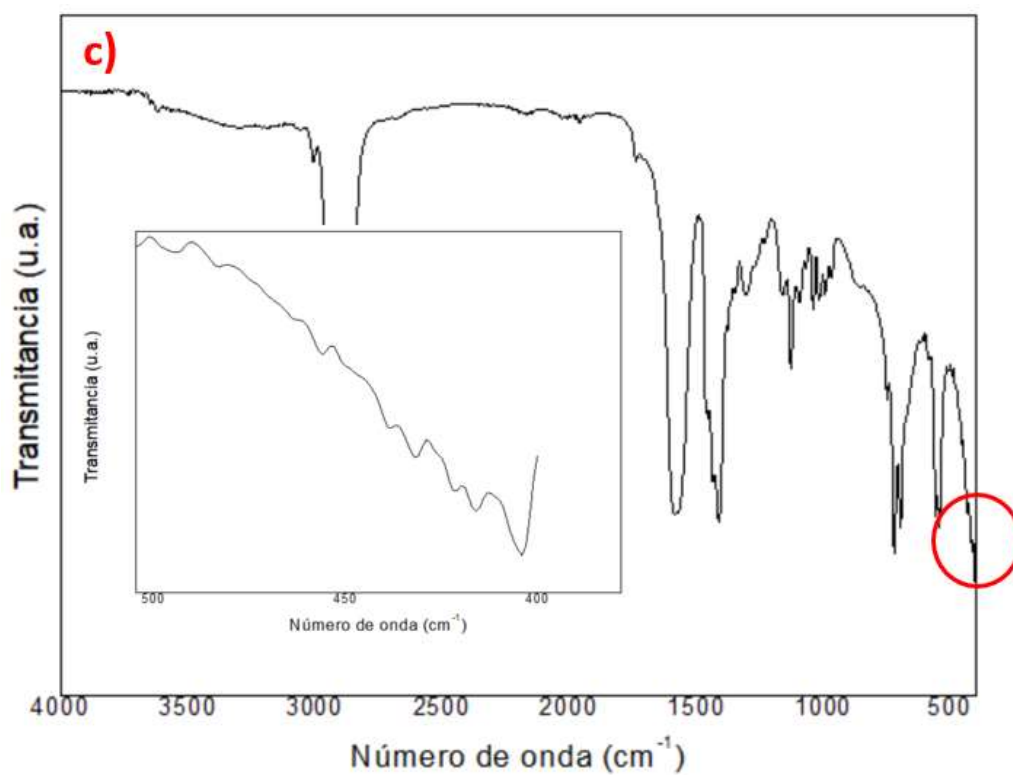
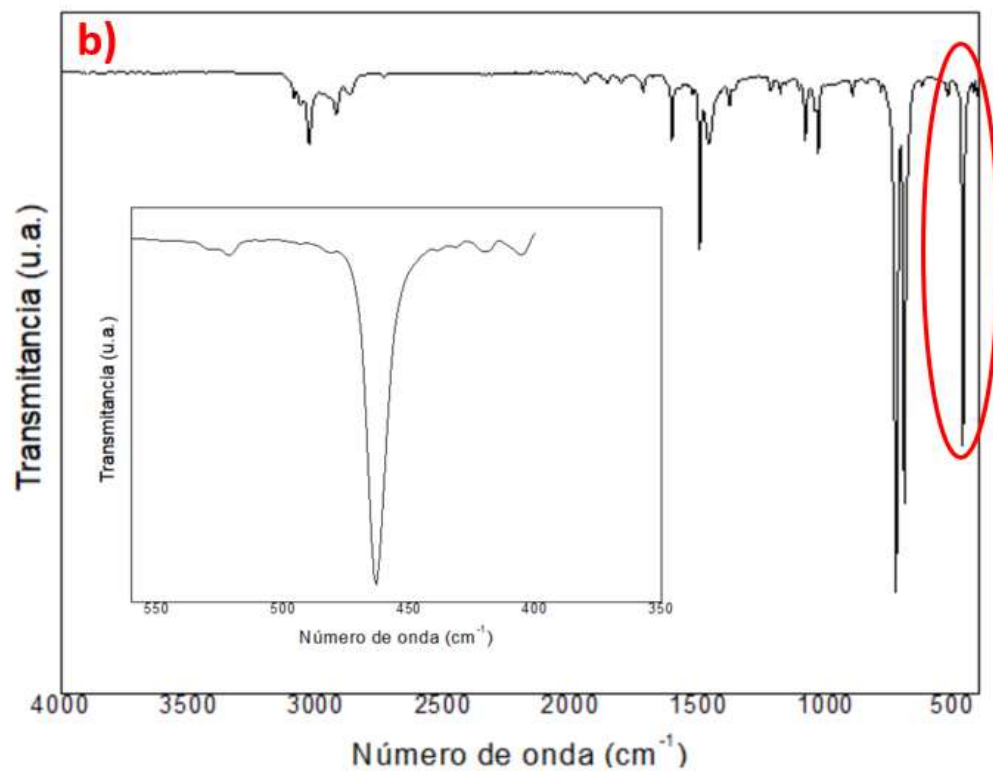


Figura 3.24 Espectro FTIR de a) $\text{Ni}(\text{acac})_2$, b) NPs de fosfato de Ni y c) NPs secas de fosfato de Ni

La figura 3.25 ilustra el espectro de las nanopartículas con morfología de fibra de fosfato de hierro-níquel, 3.25d. Los espectros de los agentes estabilizantes OAm y AO también son representados en esta figura 3.25a para la OAm y 3.25b para el AO. Las nanofibras se encontraban en suspensión de tolueno. Se encuentra una similitud entre las nanopartículas a 2921 cm^{-1} , los agentes estabilizantes a 2922 cm^{-1} , banda que corresponde a vibraciones de estiramiento simétricas y asimétricas de los grupos C-H. Se detectó una banda débil a 1462 cm^{-1} se atribuye a vibraciones del grupo CH_3 terminal, propio del AO.

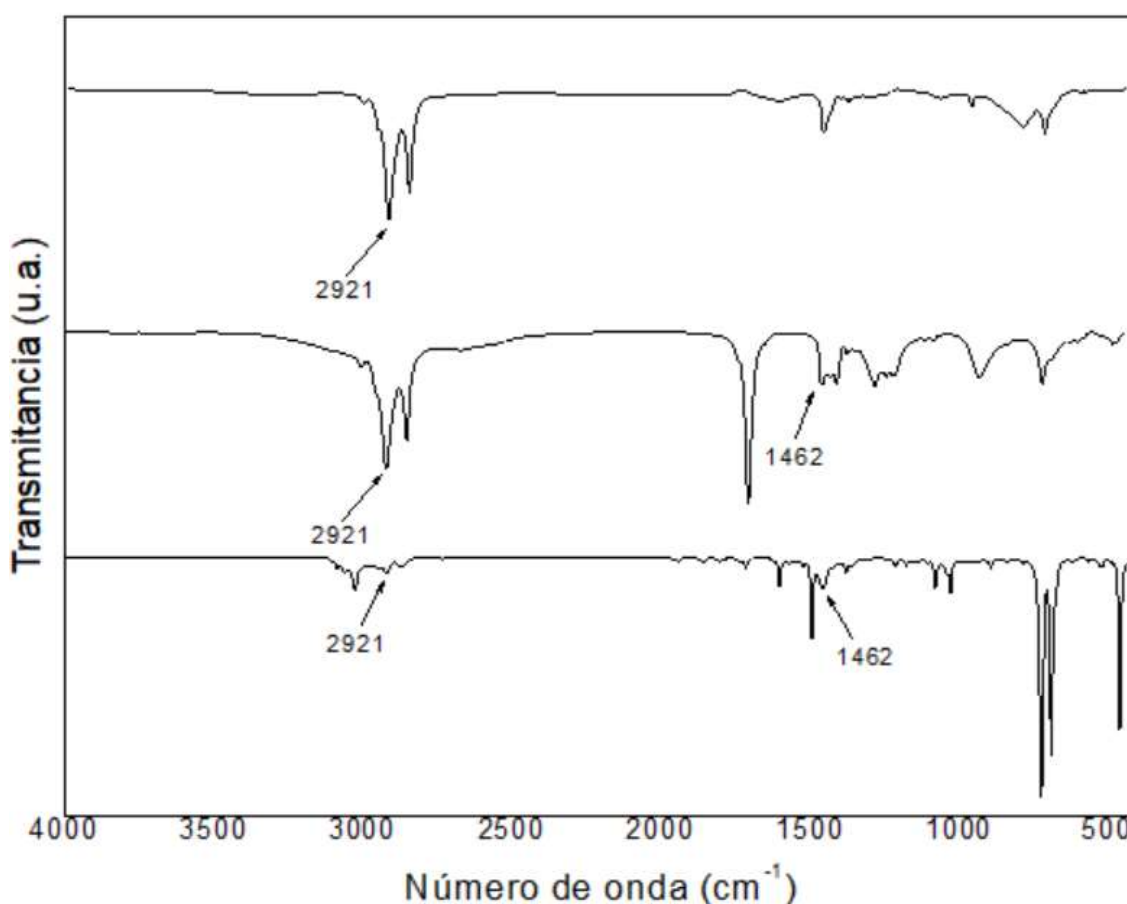


Figura 3.25 Espectro FTIR a) OAm, b) AO y c) NPs de fosfato de FeNi en suspensión.

La figura 3.26 proyecta una comparativa de los espectros de las nanofibras secas 3.26c con sus agentes estabilizantes 3.26a para OAm y 3.26b para AO. En el espectro perteneciente a las nanopartículas se detectó una banda débil a 3006 cm^{-1} , característico de la OAm y AO, asociado a flexiones δ del grupo $=\text{C-H}$. Fueron encontradas vibraciones simétricas y asimétricas del grupo C-H a 2922 cm^{-1} y 2852 cm^{-1} , grupo presente en la OAm y AO. Se encontró una banda que se asocia al grupo C-C a 725 cm^{-1} , la cual es detectada en la OAm y AO a 722 cm^{-1} . Se encontraron vibraciones del grupo CH_3 terminal características del AO a 1462 cm^{-1} , que corresponden a una banda débil.

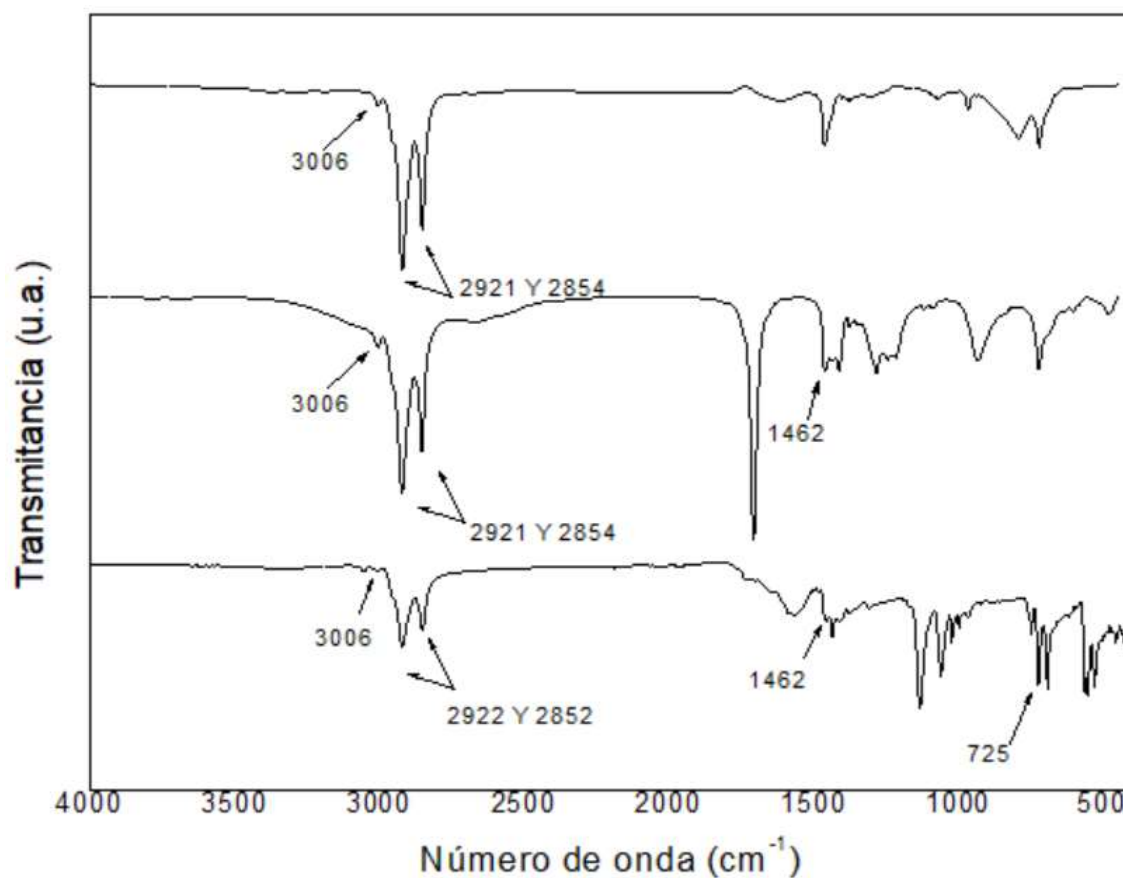
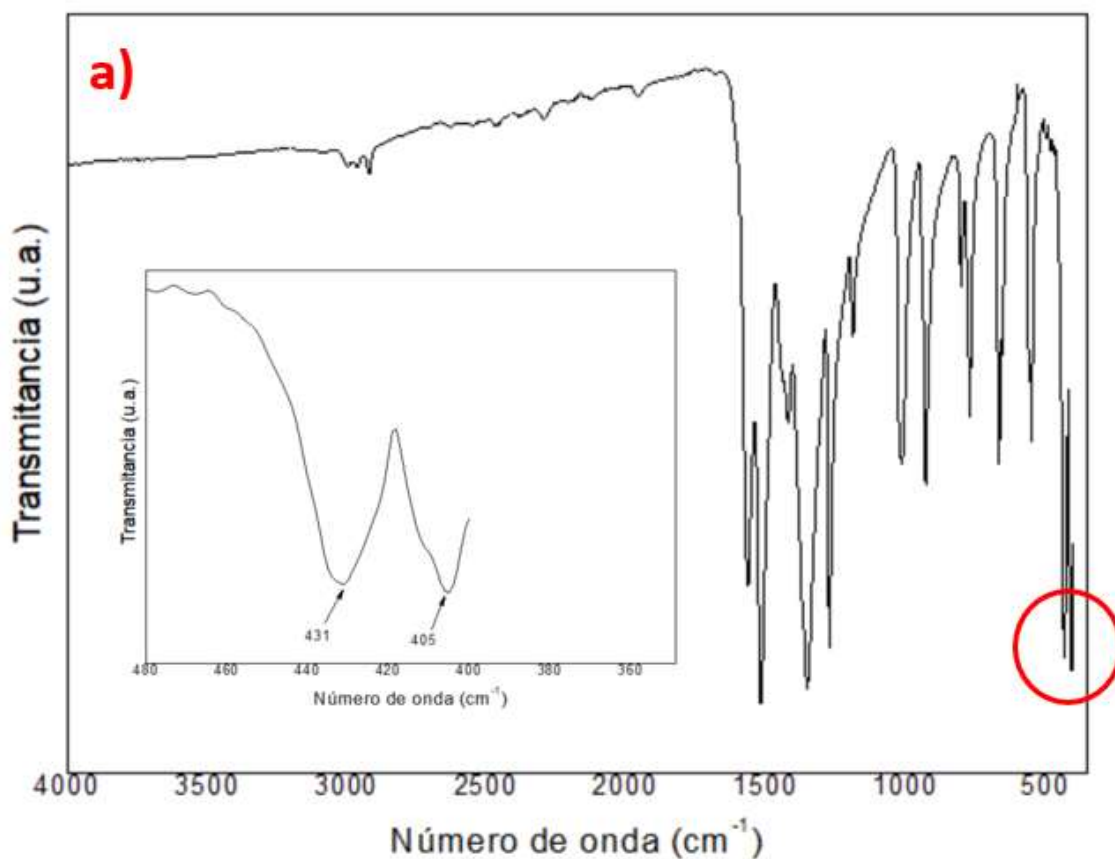
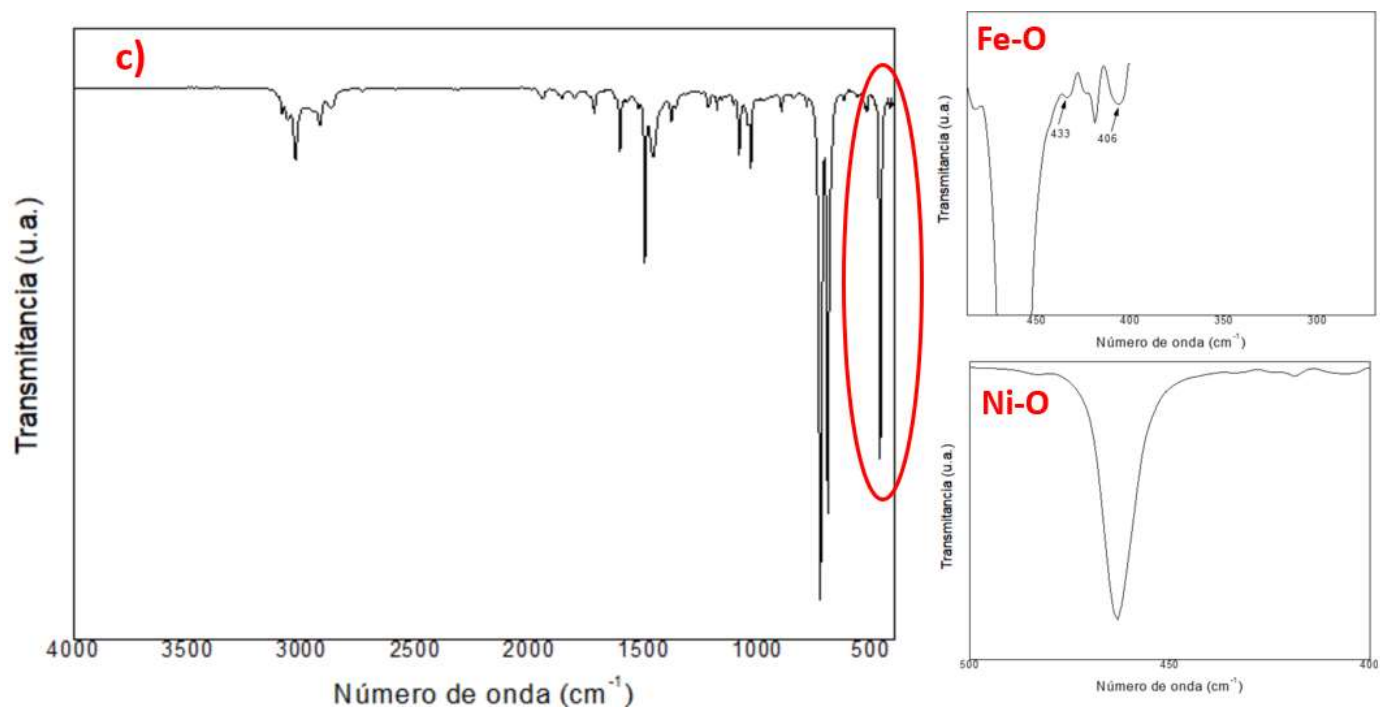
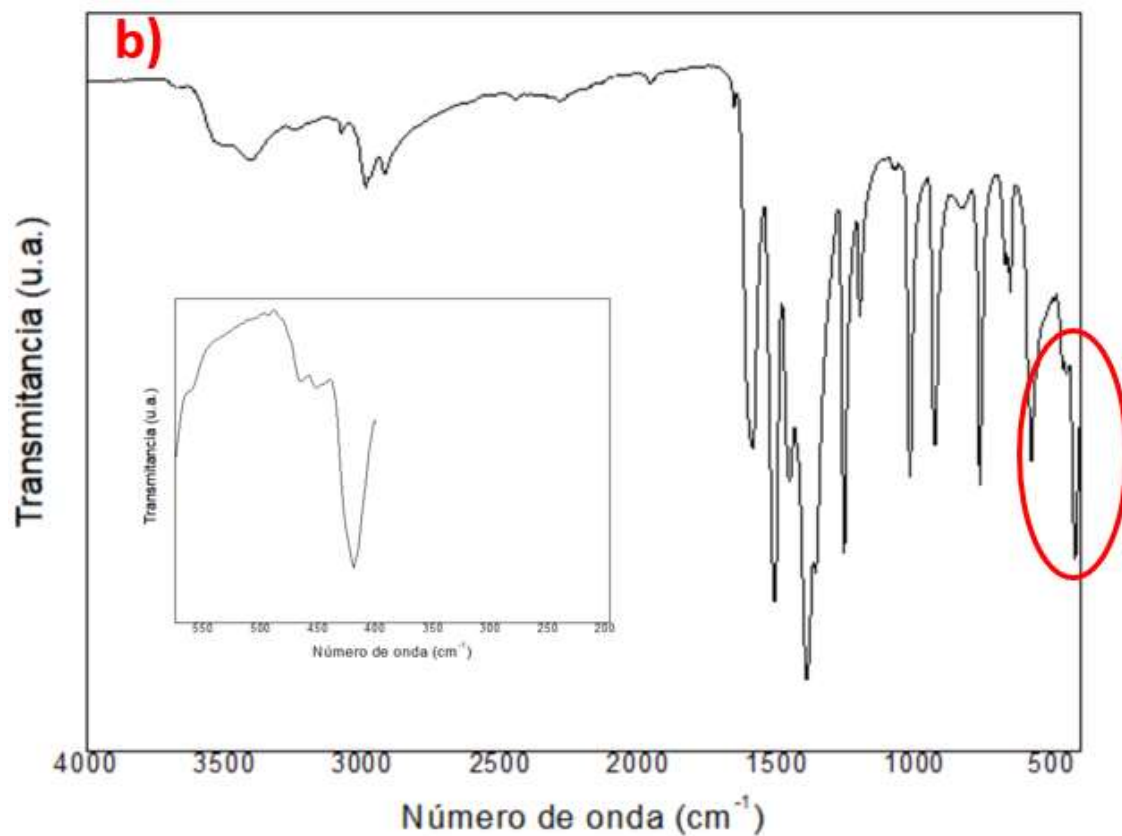


Figura 3.26 Espectro FTIR de a) OAm, b) AO, c) NPs de fosfato de FeNi secas.

La figura 3.27 representa los espectros de los precursores organometálicos de hierro y níquel empleados en la síntesis de las nanofibras de fosfatos de FeNi, los cuales son $\text{Fe}(\text{acac})_3$, figura 3.27a y $\text{Ni}(\text{acac})_2$, figura 3.26b, así como las nanofibras en suspensión de tolueno, figura 3.76c y las nanofibras secas, figura 3.27d. Comparando las imágenes 3.27a y 3.27c, se aprecian las bandas que corresponden a los enlaces Fe-O a 431 cm^{-1} y 405 cm^{-1} para el $\text{Fe}(\text{acac})_3$ y en el caso de las nanofibras en suspensión en 433 cm^{-1} y 406 cm^{-1} . Las vibraciones asociadas a los enlaces Ni-O se encuentran en una región entre 470 cm^{-1} - 420 cm^{-1} , se aprecian en el espectro de $\text{Ni}(\text{acac})_2$ y al igual que en las nanofibras disueltas en tolueno.

La imagen 3.27d presenta el espectro de las nanofibras de fosfato de FeNi secas y un acercamiento en las bandas propias de los enlaces Fe-O, encontrados a 434 cm^{-1} y 403 cm^{-1} , mismos que están presentes en la figura 3.27a del $\text{Fe}(\text{acac})_3$. Los enlaces Ni-O, se observan en la región de 470 cm^{-1} - 420 cm^{-1} , que podemos observar y comparar en el espectro de la figura 3.27b de $\text{Ni}(\text{acac})_2$ y la figura 3.27d de las nanofibras secas de fosfato de FeNi.





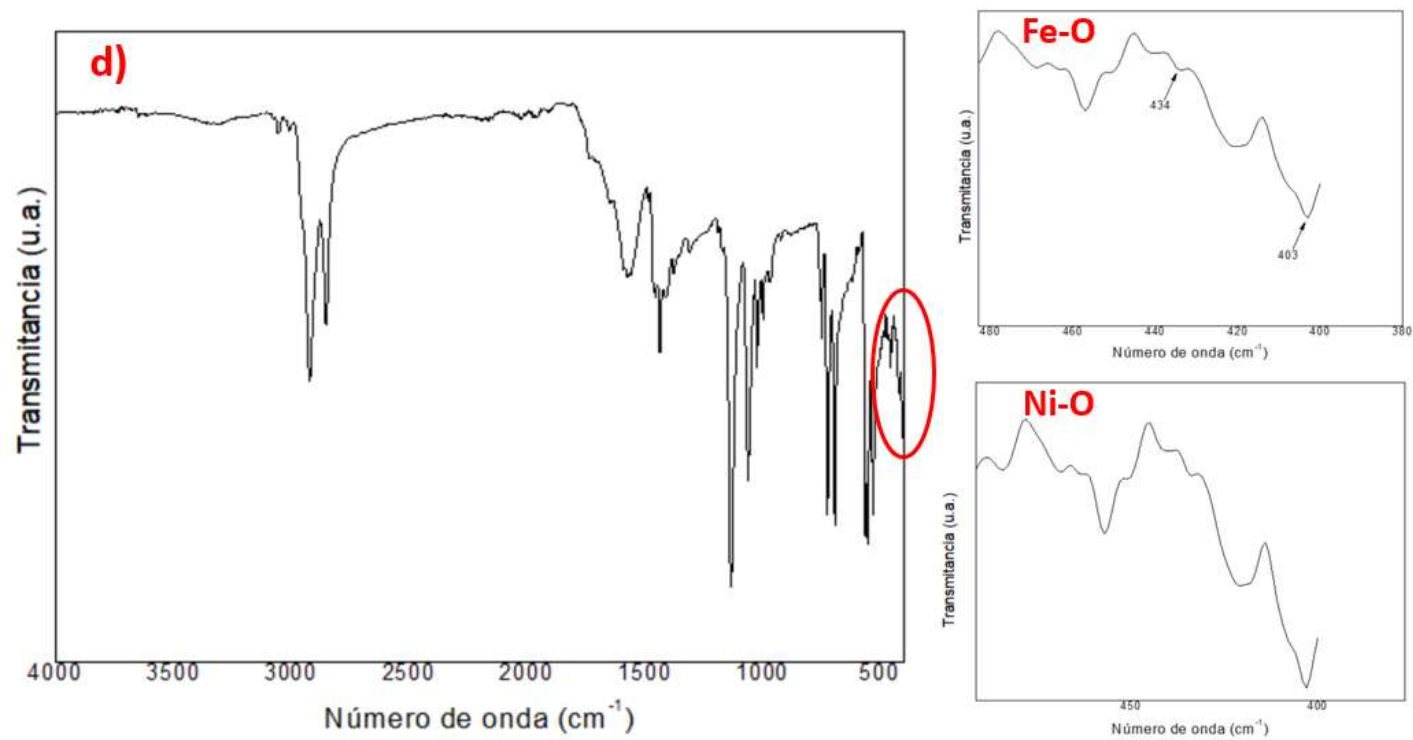


Figura 3.27 Espectro FTIR de a) $\text{Fe}(\text{acac})_3$, b) $\text{Ni}(\text{acac})_2$, c) NPs de fosfatos de FeNi y c) NPs secas de fosfatos de FeNi

3.5 Dispersión de luz dinámica

En la figura 3.28 se presenta el histograma de la distribución de diámetro de partícula de las nanopartículas de fosfato de hierro, se observan diámetros en un rango de 20 a 240 nm, en su mayoría con un promedio de 30 ± 10 nm. Al comparar los resultados de diámetro de partícula con los reportados en las micrografías hechas con microscopía electrónica de barrido, indica resultados muy similares.

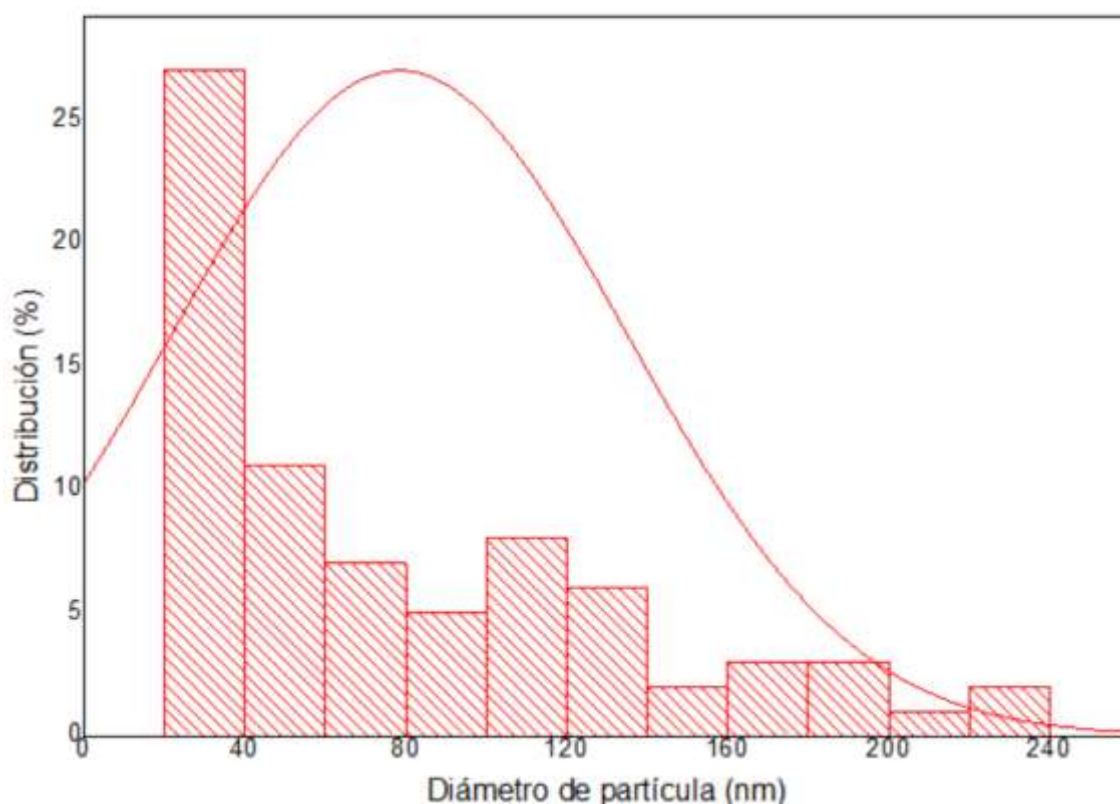


Figura 3.28 Distribución de diámetro de partícula para las NPs de fosfato de Fe.

El histograma de las nanopartículas de fosfato de níquel es representado en la figura 3.29, se observan diámetros de entre 20 y 220 nm, con un tamaño de diámetro promedio de 70 ± 20 nm, al comparar estos tamaños con la micrografía de nanopartículas de fosfuro de níquel en la figura 3.3, se presentan similitudes en los tamaños de las nanopartículas analizadas mediante microscopía SEM.

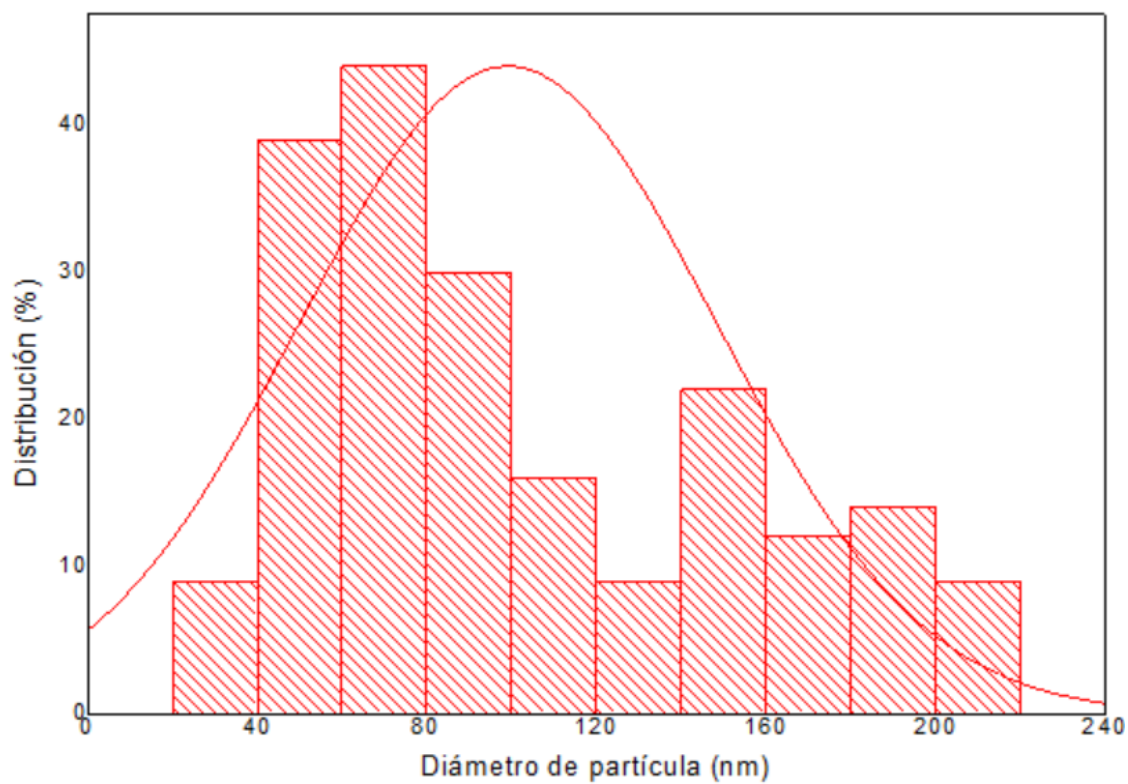


Figura 3.29 Distribución de diámetro de partícula de las NPs de fosfato de Ni.

En la figura 3.30 se aprecia el histograma referente a la distribución de tamaño de diámetro asociado a las nanofibras de fosfato de hierro-níquel. Se observan diámetros de entre 20 y 110 nm, presentando en su mayoría un promedio de 40 ± 20 nm, que al ser comparados con la figura 3.4 de la micrografía de la misma muestra, se encuentran grandes similitudes en el diámetro de nanofibra.

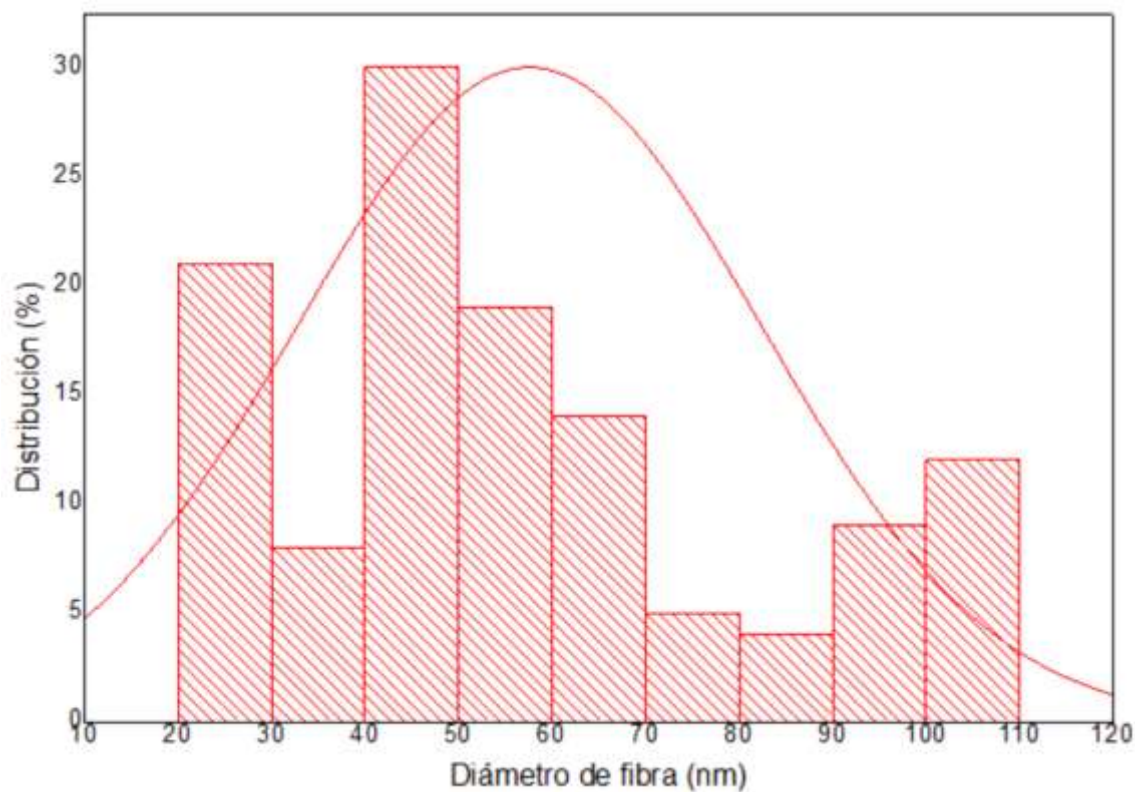


Figura 3.30 Distribución de diámetro para las NPs de fosfato de FeNi.

Conclusiones

Las nanopartículas de fosfatos de Fe, Ni y FeNi sintetizadas por el método de descomposición térmica a partir de precursores de sales organometálicas de acetilacetato de hierro III y acetilacetato de níquel II y trifenilfosfina presentaron diámetros promedio de 25 ± 10 nm, 50 ± 5 nm y 60 ± 20 nm, respectivamente y de acuerdo a SEM.

Los histogramas obtenidos mediante DLS comprueban la información proyectada en las micrografías por la obtención diámetros de partícula muy similares de 30 ± 10 nm para las nanopartículas de fosfato de Fe, 70 ± 20 nm para las de fosfato de Ni y 40 ± 20 nm para los diámetros de las nanopartículas de fosfato de FeNi. Cabe destacar que las últimas mencionadas presentaron una morfología de nanofibras, producto de la acción del Fe y Ni, metales que al igual que el Co, promueven el crecimiento vertical de los nanomateriales.

De acuerdo al análisis DRX las nanopartículas de fosfato de Fe presentaron estructura monocíclica asociado a la cacoxenita, mineral asociado al fosfato de Fe. La formación de fosfatos se comprueba en el análisis XPS cuyos espectros muestran enlaces metal-oxígeno de Fe-O y P-O, provocados por la oxidación de los productos de reacción.

El difractograma de rayos X de las nanofibras de fosfato de FeNi ilustra la formación de dos fases cristalográficas. Se detectaron picos característicos del fosfuro de FeNi, con estructura tetragonal y también picos propios a la cacoxenita un mineral del tipo fosfato de Fe. La fase de fosfato de Fe con estructura hexagonal. En el análisis XPS se observan espectros con enlaces P-O, Fe-O y Ni-O, lo que comprueba la formación de fosfuros de FeNi que, a consecuencia de las condiciones de reacción llevadas a cabo en medio no inerte, fueron oxidados hasta la formación de fosfatos.

Los espectros FTIR de los nanomateriales de fosfatos de Fe, Ni y FeNi presentan un comportamiento similar, las nanopartículas en suspensión muestran pocas señales de características débiles asociadas a los agentes estabilizantes OAm y AO. Por otro lado, los espectros de los nanomateriales secos en comparativa con la OAm y AO presentan señales más intensas, de esta forma se comprueba la presencia de los agentes estabilizantes en la superficie.

El estudio de los espectros FTIR de los nanomateriales con los precursores organometálicos se observan las bandas características de los enlaces metal oxígeno, en la región de infrarrojo cercano. Para las nanopartículas de fosfato de Fe, se detectaron bandas de enlaces Fe-O, mismos observados en el acetilacetato de hierro III. Los enlaces Ni-O de las nanopartículas de fosfato de Ni se estudiaron en la misma región que en el acetilacetato de Ni, mientras que en las nanofibras de fosfato de FeNi, analizaron las bandas de los enlaces Fe-O y Ni-O en los mismos valores de número de onda que los precursores de sales organometálicas de hierro y níquel.

La aplicación de los nanomateriales sintetizados en reacciones de hidrólisis ácida de la biomasa lignocelulosa es beneficiosa debido a la morfología y tamaño de partícula obtenidos. Las nanopartículas de fosfato de Fe con tamaño en un rango de 30 ± 10 nm, mientras que las de fosfato de Ni fue de 50 ± 5 nm. El tamaño de las nanopartículas de fosfato de FeNi se encontró en un rango de 60 ± 20 nm con una morfología de nanofibras lo que promueve una alta actividad catalítica debido a la amplia área de contacto en la cual ocurre la transformación de reactivos a productos. Con respecto a los fosfatos de Ni, es necesario mejorar la purificación del material ya que se aprecian aglomeraciones en las micrografías SEM, aunque una vez realizado un acercamiento en la imagen, se observan nanopartículas de tamaños menores a 100 nm. Entre los minerales contenidos en el sargazo *fluitans* y *natans* el fósforo es el que tiene mayor presencia con aproximadamente 96.5 mg/100g, lo que favorece la reacción de hidrólisis del sargazo al dar estabilidad a las nanopartículas manteniéndolas fosforadas.

Las propiedades organolépticas de los productos de reacción fueron analizadas y comparadas con el reactivo estándar de 5-hidroxi-metil-furfural. Se obtuvieron productos en fase líquida color amarillo miel. El olor de los productos es semejante a azúcar caramelizada. Si bien estas propiedades no son un indicativo de los posibles productos de reacción obtenidos, podrían darnos un indicio debido a las similitudes con el 5-hidroxi-metil-furfural en cuanto a color y olor. Es recomendable utilizar una técnica de caracterización certera que logre identificar los productos de la reacción. Diversas investigaciones describen la implementación de la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas en la identificación de 5-hidroxi-metil-furfural [31, 43], entre otros productos, debido a su efectividad en la identificación, cuantificación y análisis de compuestos químicos.

Bibliografía

1. Turgeon, A. & Morse E. (2022). Petroleum, or crude oil, is a fossil fuel and nonrenewable source of energy. *National Geographic Society*, <https://education.nationalgeographic.org/resource/petroleum>
2. Shi, C., Xu, J., Pan, L., Zhang, X., & Zou, J.-J. (2021). Perspective on synthesis of high-energy-density fuels: From petroleum to coal-based pathway. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 35, 83–91
3. Alam, M. I. & Saha, B. (2015). Catalysis for the Production of Sustainable Chemicals and Fuels from Biomass. *Sustainable Catalytic Processes*, 99-123. <https://doi.org/10.1016/b978-0-444-59567-6.00004-2>
4. Basu, P. (2011). Biomass gasification and pyrolysis. *Elsevier*, 325-6.
5. Puc, N. (2021). Optimización de la hidrólisis ácida para la obtención de azúcares totales a partir de las algas pardas (*Sargassum spp.*). *Universidad Autónoma de Nuevo León*.
6. Rendón, M. (2015). Nanopartículas catalíticas... ¿polvo mágico?. *Mundo nano, revista interdisciplinaria de Nanociencias y Nanotecnología*, 8-15
7. Aldana, D. (2020). México ante el sargazo. *Ciencia, Revista de la academia mexicana de Ciencias*, 71-4.
8. Vázquez J., 2019. Sargazo: ¿Qué es? ¿De dónde viene? ¿Qué lo produce? ¿Cuáles son sus afectaciones?
9. López-Contreras, A., Núñez Valenzuela, P., Celis García, B., Driegen, J., Huerta Lwanga, E., Domin, P., Polett Gurrola, M., Rosas-Luis, R., Verde Gómez, Y., & de Vrije, T. (2022). Sargassum in Mexico: from environmental problem to valuable resource. *Wageningen Food & Biobased Research*. <https://doi.org/10.18174/574423>
10. Stefanou, G., Sakellari, D., Simeonidis, K., Kalabaliki, T., Angelakeris, M., Dendrinou-Samara, C., & Kalogirou, O. (2014). Tunable AC Magnetic Hyperthermia Efficiency of Ni Ferrite Nanoparticles. *IEEE Transactions on Magnetics*, 50(12), 1–7. doi:10.1109/tmag.2014.2345637

11. Morelos, O., Reyes, A., Melo, A., Shacht, P., Portales, B., Soto, I. & Yacamán, M. (2021). A novel direct method in one-step for catalytic heavy crude oil upgrading using iron oxide nanoparticles de *ELSEVIER*.
12. Perera, S. C., Fodor, P. S., Tsoi, G. M., Wenger, L. E., & Brock, S. L. (2003). Application of De-silylation Strategies to the Preparation of Transition Metal Pnictide Nanocrystals. *The Case of FeP. Chemistry of Materials*, 15(21), 4034–4038. doi:10.1021/cm034443o
13. Yoon, K. Y., Jang, Y., Park, J., Hwang, Y., Koo, B., Park, J.-G., & Hyeon, T. (2008). Synthesis of uniform-sized bimetallic iron–nickel phosphide nanorods. *Journal of Solid State Chemistry*, 181(7), 1609–1613
14. Mandel, K., Dillon, F., Koos, A. A., Aslam, Z., Jurkschat, K., Cullen, F., ... Grobert, N. (2011). Facile, fast, and inexpensive synthesis of monodisperse amorphous Nickel-Phosphide nanoparticles of predefined size. *Chemical Communications*, 47(14), 4108. doi:10.1039/c0cc02769c
15. Dhepe, P. L., & Sahu, R. (2010). A solid-acid-based process for the conversion of hemicellulose. *Green Chemistry*, 12(12), 2153.
16. Chandler, C., Villalobos, N., González, E., Arenas, E., Mármol, Z., Ríos, J., & Mazzarri, C. A. (2012). Hidrólisis ácida diluida en dos etapas de bagazo de caña de azúcar para la producción de azúcares fermentables. *Multiciencias*, 12(3), 245-253. <https://biblat.unam.mx/hevila/Multiciencias/2012/vol12/no3/1.pdf>
17. Li, X., Jiang, Y., Wang, L., Meng, L., Wang, W., & Mu, X. (2012). Effective low-temperature hydrolysis of cellulose catalyzed by concentrated H₃PW₁₂O₄₀ under microwave irradiation. *RSC Advances*, 2(17), 6921.
18. Cieza, R. & Díaz, G. (2018). Obtención de azúcares reductores a partir de cáscara de papa (*solanum tuberosum*) por hidrólisis química y enzimática. *Universidad Señor de Spain*.
19. Zenella R. (2012). Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. De Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología. vol.5 no.1.

20. Idiago López, F. J. (2015). Nanopartículas magnéticas alargadas (nanoworms) para transporte y liberación controlada de fármacos a través de la barrera hematoencefálica.
21. Nguyen, C. V., Lewis, D., Chen, W.-H., Huang, H.-W., AlOthman, Z. A., Yamauchi, Y., & Wu, K. C.-W. (2016). Combined treatments for producing 5-hydroxymethylfurfural (HMF) from lignocellulosic biomass. *Catalysis Today*, 278, 344–349. doi:10.1016/j.cattod.2016.03.022
22. Wang, J., Shen, B., Kang, D., Yuan, P., & Wu, C. (2018). Investigate the interactions between biomass components during pyrolysis using in-situ DRIFTS and TGA. *Chemical Engineering Science*. doi:10.1016/j.ces.2018.10.023
23. Lin, Xianzhao Kan, Hao Yan, and Danni Wang. Characterization of extracellular cellulose-degrading enzymes from *Bacillus thuringiensis* strains. *Electronic Journal of Biotechnology*, 15(3):1–7, 2012.
24. Álvarez A., Pizarro C., & Folgueras M., 2012. Caracterización química de biomasa y su relación con el poder calorífico. Universidad de Oviedo.
25. Wang, S., Dai, G., Yang, H., Luo, Z., 2017. Lignocellulosic biomass pyrolysis mechanism: A stateof-the-art review. *Progress in Energy and Combustion Science* 62, 33-8
26. Morales S., 2015. Hidrólisis ácida de celulosa y biomasa lignocelulósica asistida con líquidos iónicos. Universidad Autónoma de Madrid, Facultad de ciencias.
27. Deng, W., Liu, M., Zhang, Q., Tan, X., & Wang, Y. (2010). Acid-catalysed direct transformation of cellulose into methyl glucosides in methanol at moderate temperatures. *Chemical Communications*, 46(15), 2668.
28. Pinos V., 2019. ¿Sabes qué es y para qué sirve la catálisis? Facultad de Ciencias QuímicasUniversidad de Cuenca.
29. Goswami, M., Meena, S., Navatha, S., Prasanna Rani, K. N., Pandey, A., Sukumaran, R. K., Prabhavathi Devi, B. L. A. (2015). Hydrolysis of biomass using a reusable solid carbon acid catalyst and fermentation of the catalytic hydrolysate to ethanol. *Bioresource Technology*, 188, 99–102
30. Hernández, S., Melchor, E., Carrillo, D., Parra, R., & Iqbal, H. M. (2021). Seasonal characterization and quantification of biomolecules from sargassum collected from Mexican Caribbean coast – A preliminary study as a step forward to blue economy.

31. Teixidó, E., Santos, F. J., Puignou, L., & Galceran, M. T. (2006). Analysis of 5-hydroxymethylfurfural in foods by gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1135(1), 85–90. doi:10.1016/j.chroma.2006.09.023
32. Zeyu Liu, Rong Fu, Yan Yuying, Chapter 2 - Preparation and evaluation of stable nanofluids for heat transfer application, Editor(s): Hafiz Muhammad Ali, *Advances in Nanofluid Heat Transfer*, Elsevier, 2022, Pages 25-57, ISBN 9780323886567, <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-88656-7.00013-1>.
33. G. Cao, *Nanostructures and nanomaterials: synthesis, properties and applications*, Editorial Imperial College Press, London (2003)
34. Constable, F. H. (1928). The Definition of “Area” in the Case of Contact Catalysts. *Nature*, 122(3072), 399–400. doi:10.1038/122399a0
35. Shaji, A., & Zachariah, A. K. (2017). Surface Area Analysis of Nanomaterials. *Thermal*. 197–231. doi:10.1016/b978-0-323-46139-9.00009-8
36. He, Z., Maurice, J.-L., Gohier, A., Lee, C. S., Pribat, D., & Cojocaru, C. S. (2011). Iron Catalysts for the Growth of Carbon Nanofibers: Fe, Fe₃C or Both? *Chemistry of Materials*, 23(24), 5379–5387. doi:10.1021/cm202315j
37. De Jong, K. P., & Geus, J. W. (2000). Carbon Nanofibers: Catalytic Synthesis and Applications. *Catalysis Reviews*, 42(4), 481–510. <https://doi.org/10.1081/CR-100101954>
38. Ma, F., Xu, C., Lyu, F., Song, B., Sun, S., Li, Y. Y., Zhen, L. (2018). Construction of FeP Hollow Nanoparticles Densely Encapsulated in Carbon Nanosheet Frameworks for Efficient and Durable Electrocatalytic Hydrogen Production. *Advanced Science*, 1801490. doi:10.1002/adv.201801490
39. Mohiuddin, M., Zavabeti, A., Haque, F., Mahmood, A., Datta, R., Syed, N., Mahmood, N. (2020). Synthesis of Two-Dimensional Hematite and Iron Phosphide for Hydrogen Evaluation. *Journal of Materials Chemistry A*. doi:10.1039/c9ta11945k 10.1039/c9ta11945k
40. Bui, P., Cecilia, J. A., Oyama, S. T., Takagaki, A., Infantes-Molina, A., Zhao, H., Jiménez López, A. (2012). Studies of the synthesis of transition metal phosphides and

- their activity in the hydrodeoxygenation of a biofuel model compound. *Journal of Catalysis*, 294, 184–198. doi:10.1016/j.jcat.2012.07.021.
41. Xiong, D., Wang, X., Li, W., & Liu, L. (2016). Facile synthesis of iron phosphide nanorods for efficient and durable electrochemical oxygen evolution. *Chemical Communications*, 52(56), 8711–8714. doi:10.1039/c6cc04151e.
42. Davar, F., Fereshteh, Z., & Salavati-Niasari, M. (2009). Nanoparticles Ni and NiO: Synthesis, characterization and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 476(1-2), 797–801. doi:10.1016/j.jallcom.2008.09.121.
43. Senila, L., Gog, A., Senila, M., Roman, C., & Silaghi-Dumitrescu, L., (2012). Development of a gc-ms method for 5-hydroxymethylfurfural determination in wood after steam-explosion pretreatment. *Revista de Chimie*. 63(6):557-561.

Anexo A Técnicas de caracterización

A1. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido o SEM por sus siglas en inglés (scanning electron microscopy) es una técnica muy útil que proporciona información morfológica de la superficie del material de estudio, produciendo imágenes de alta resolución, es de suma importancia esta información ya que la forma y tamaño de los materiales influyen considerablemente en su aplicación, por lo que esta técnica es de gran relevancia en el estudio de los nanomateriales.

En SEM un cañón de electrones hace incidir un haz delgado de electrones acelerados que atraviesa la columna del microscopio en la cual se encuentran las lentes condensadoras, las cuales permiten que el haz de electrones sea enfocado hacia la muestra. Las lentes deflectoras del microscopio generan campos magnéticos que desvían el haz de electrones en direcciones precisas. Esto permite que el haz escanee la superficie de la muestra de manera controlada y sistemática. De esta forma se va realizando un escaneo o barrido punto por punto siguiendo una trayectoria de líneas paralelas, obtiene una imagen de alta resolución del material analizado. La interacción que sucede entre los electrones incidentes y los átomos de la muestra genera señales que llegan a los detectores que transforman dichas señales en eléctricas, esto con el objetivo de amplificarlas y visualizarlas en una pantalla CRT.

La microscopía electrónica de barrido permite la obtención de imágenes en tercera dimensión, lo que representa una mayor facilidad en el estudio de sus propiedades, a diferencia de la microscopía electrónica de transmisión en la que se obtienen imágenes solo en segunda dimensión. La figura A1 muestra a) muestra las partes principales de un microscopio electrónico de barrido, la misma imagen inciso b) se aprecia un microscopio tipo SEM marca Hitachi SU7000.

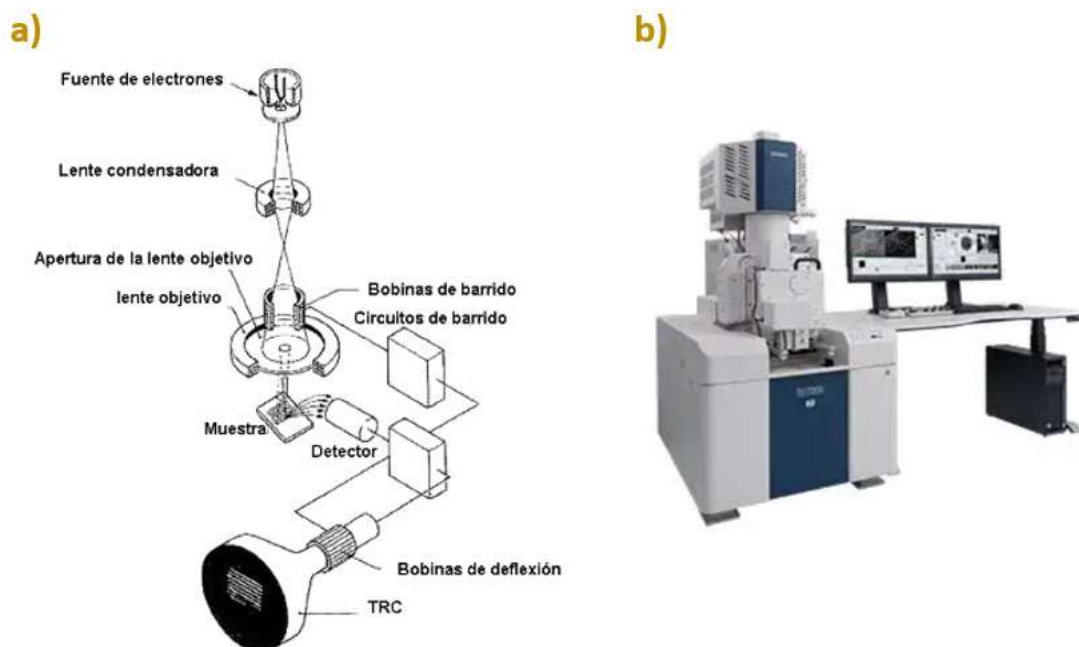


Figura A1 a) Funcionamiento de microscopía SEM b) Microscopio Hitachi SU7000.

A2. Difracción de rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es una técnica ampliamente usada para el estudio del arreglo cristalino de los materiales. Como el nombre de la técnica lo indica, utilizan los Rayos X, descubiertos por el físico alemán Wilhelm Röntgen, dado que en ese tiempo no se conocía la naturaleza de los Rayos X, recibieron este nombre.

El análisis de la muestra se realiza mediante la generación de un haz de rayos X, mediante un tubo de Rayos X. En este proceso, electrones de alta energía impactan un blanco metálico, generando así los Rayos X, estos inciden sobre la muestra generando su interacción con los electrones de los átomos de esta. Los Rayos X incidentes son difractados siguiendo un patrón ordenado, esto gracias a la estructura cristalina de la muestra. A diferencia de los materiales cristalinos, los materiales amorfos presentan una dispersión de los Rayos X en diferentes direcciones y en desorden. Los Rayos X son difractados en ángulos específicos y característicos que dependen de la estructura del material, así como de la longitud de onda

de los Rayos X. Esto resulta en un patrón de difracción que es detectado por un detector de Rayos X que proporciona información para determinar la distancia interplanar y el arreglo tridimensional de los átomos en la muestra. En la figura A2 se observa un esquema general de la difracción de Rayos X.

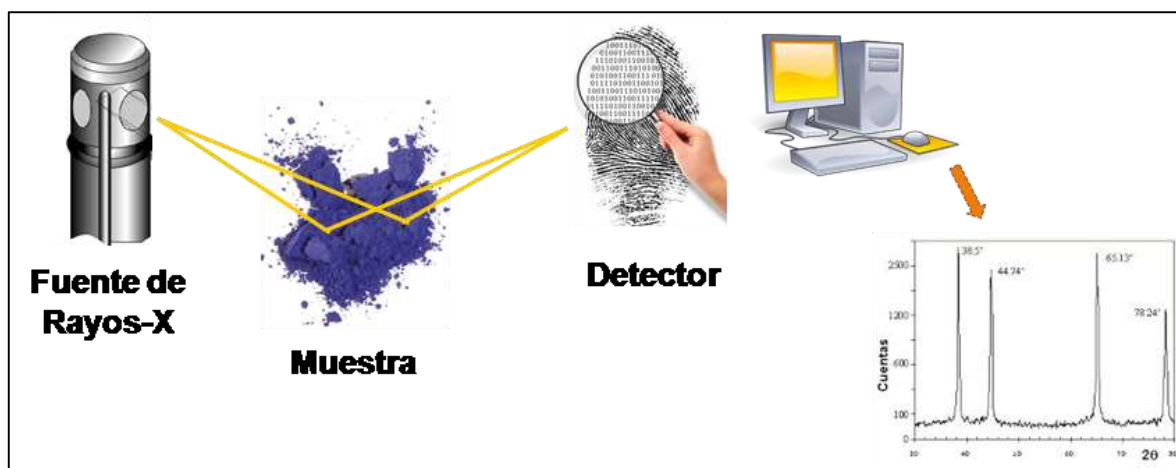


Figura A2. Esquema de difracción de Rayos X.

Esta información es utilizada por la Ley de Bragg, esta es una ecuación fundamental en difracción de Rayos X que describe la relación que existe entre los ángulos a los cuales se producen los picos de difracción y las distancias interplanares, que no son mas que la distancia entre los planos atómicos en un cristal. La Ley de Bragg se formula de la siguiente manera:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Donde:

n es el orden de difracción (comúnmente 1).

λ es la longitud de onda de los Rayos X.

d es la distancia interplanar

θ es el ángulo de difracción.

La difracción de Rayos X en conjunto con la Ley de Bragg permite la obtención de un gráfico que muestra la intensidad de los Rayos X difractados, representados en el eje y en función del ángulo de difracción, proyectado en el eje x. Este gráfico es conocido como difractograma de Rayos X. La figura A3 representa un difractograma asociado a nanopartículas de óxido de hierro.

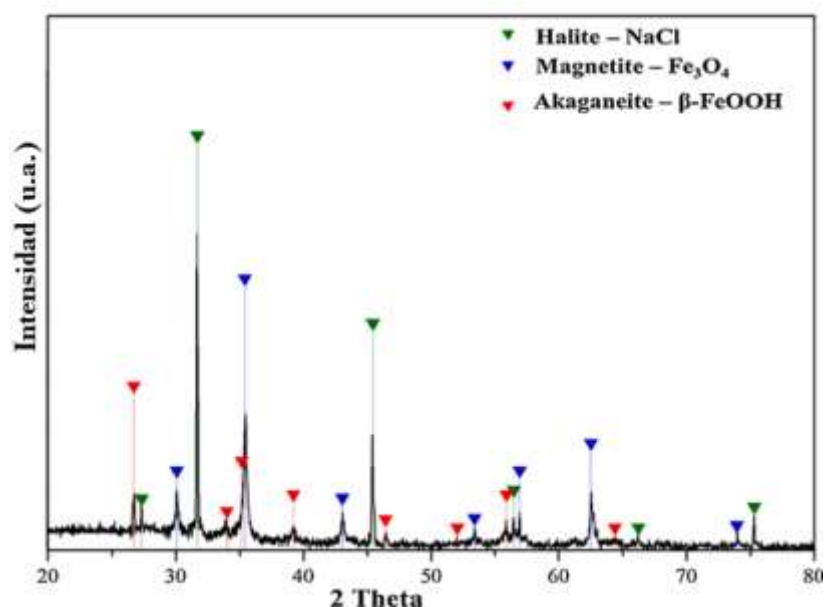


Figura A3 Difractograma de Rayos X de nanopartículas de Óxido de hierro.

A3. Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS)

La espectroscopía fotoelectrónica de rayos X, también conocida como XPS (por sus siglas en inglés X-ray Photoelectron Spectroscopy), es una técnica analítica que se utiliza para estudiar la composición química y la estructura superficial de materiales. Este análisis corresponde solo a los primeros 10 nm de la superficie del material en cuestión. Esta técnica aprovecha los efectos fotoeléctricos causados por la interacción de los rayos X con los átomos de la muestra. Para comprender la técnica XPS debemos saber el efecto fotoeléctrico y de fotoemisión. Cuando un fotón incide sobre un átomo, pueden suceder que:

- a) El fotón atraviese el átomo sin que ocurra ninguna interacción.

- b) El fotón sea dispersado por un electrón de un orbital atómico, propiciando una pérdida de energía (Compton Scattering).
- c) El fotón interacciona con el electrón de un orbital atómico en la que toda la energía del fotón es transferida al electrón y ocurre la emisión del electrón del átomo.

En espectroscopía XPS sucede el tercer proceso, analizando así la muestra de interés. Los componentes principales de un espectrómetro XPS son el sistema de vacío, la fuente de Rayos X, un analizador de energía de electrón y un sistema de datos. La muestra es analizada en la cámara principal de vacío, en la que la radiación X es generada por un tubo de Rayos X, que emite fotones de distintas energías. Posteriormente los fotones interactúan con la muestra y la energía del fotón se transfiere al electrón, provocando la emisión del electrón del átomo. Los electrones emitidos son conocidos como fotoelectrones y son analizados en términos de su energía cinética la cual está directamente relacionada con la energía de enlace del electrón en su nivel orbital antes de la emisión. La ecuación de Einstein describe el proceso de fotoemisión:

$$E_B = h\nu - KE$$

Donde:

E_B es la energía de enlace del electrón en el átomo

$h\nu$ es la energía de la fuente de Rayos X

KE es la energía cinética del electrón detectado que es medida por el espectrómetro XPS.

La espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X mide la energía de enlace asociada siempre a enlaces de tipo iónico o covalente entre átomos.

La energía obtenida mediante el análisis XPS es representada en un gráfico conocido como Espectro XPS, donde se presentan picos cuya intensidad en el eje y está en función de la energía de enlace, correspondiente al eje x. Los picos se asocian a diferentes elementos y estados de oxidación en la superficie de la muestra. La imagen A4 muestra un esquema general de la espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X.

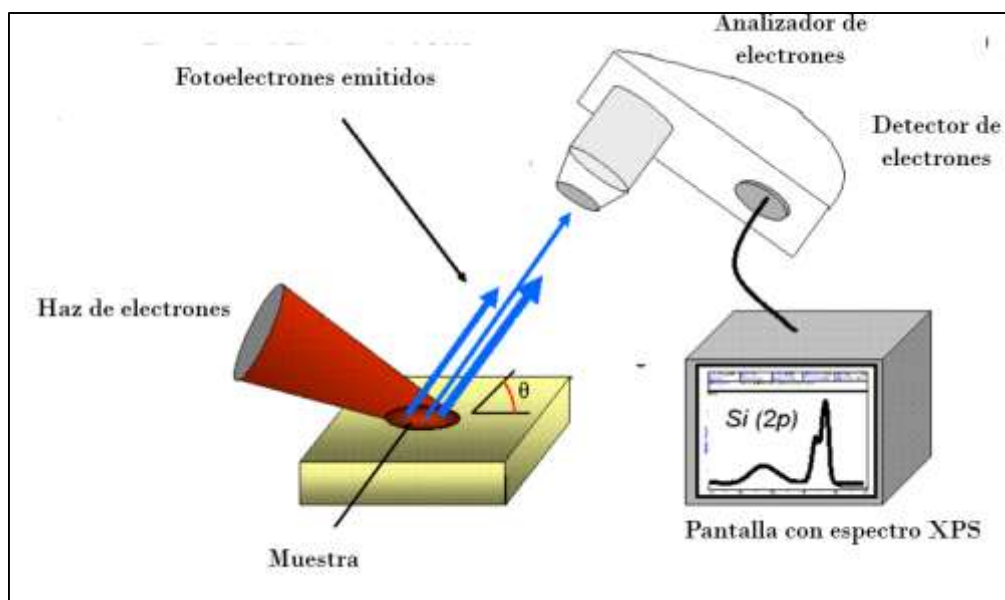


Figura A4 Esquema de espectroscopía XPS.

A4. Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier, mejor conocida como FTIR por sus siglas en inglés (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) es una técnica de caracterización importante que proporciona información sobre las estructuras moleculares y las interacciones intermoleculares de compuestos orgánicos e inorgánicos. FTIR es un tipo de espectroscopía vibracional que relaciona la energía necesaria para que los átomos de un compuesto entren en resonancia y de esta forma obtener una señal característica representada mediante bandas de absorción. El espectro vibracional de una molécula es una propiedad física distintiva y única de esa molécula. Por lo tanto, el espectro infrarrojo (IR) puede utilizarse como una "huella dactilar" para identificar muestras desconocidas al compararlas con espectros de referencia. La espectroscopía IR recibe su nombre por la región de absorción infrarroja (IR), en la que opera. La región IR se encuentra en un rango de $12800 - 10 \text{ cm}^{-1}$, la región IR se puede dividir en tres zonas, IR cercano (NIR), IR medio e IR lejano (FIR). La mayoría de las mediciones analíticas se encuentran en la región de IR medio, que va de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier opera mediante un proceso que combina la interferometría con la transformada de Fourier para obtener un espectro infrarrojo detallado de la muestra. Una fuente de luz Infrarroja emite un haz que contiene un amplio rango de longitudes de onda, este haz pasa por el Interferómetro de Michelson, encargado de generar un patrón de interferencia (llamado interferograma) de todas las frecuencias de luz que pasan a través de la muestra, cabe destacar que la muestra puede ser sólida, líquida o gaseosa. Al interactuar con la muestra, ciertas longitudes de onda del haz infrarrojo son absorbidas por los enlaces químicos que componen las moléculas de la muestra. Estos enlaces vibran a frecuencias únicas cuando absorben la energía infrarroja. Estas vibraciones se clasifican en estiramientos y flexiones de los enlaces entre átomos. Una vez pasado por la muestra el interferograma es modificado y llega a un detector, que mide la intensidad del haz de luz en función del tiempo y así es registrado el interferograma modificado. La señal es amplificada y la base de datos es convertida para poder visualizarlos en la computadora. En la figura A5 se representa un esquema general de la espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier.

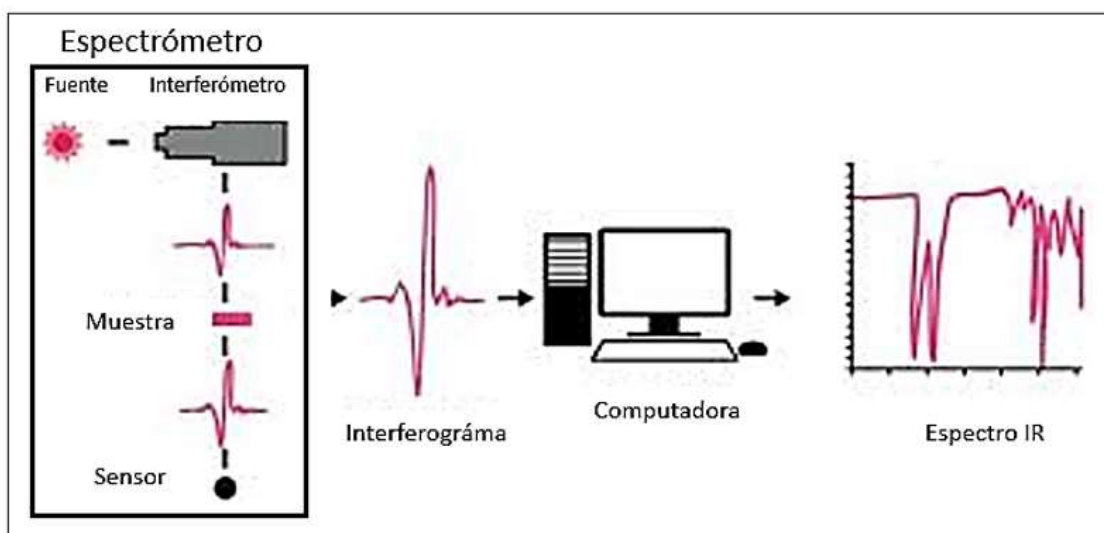


Figura A5 Esquema del funcionamiento de la espectroscopía FTIR.

Mediante la transformada de Fourier, el interferograma se transforma matemáticamente en un espectro infrarrojo, en el que se observan bandas características a enlaces y vibraciones moleculares específicas. La figura A6 proyecta el espectro FTIR de nanopartículas de Fe-Ni.

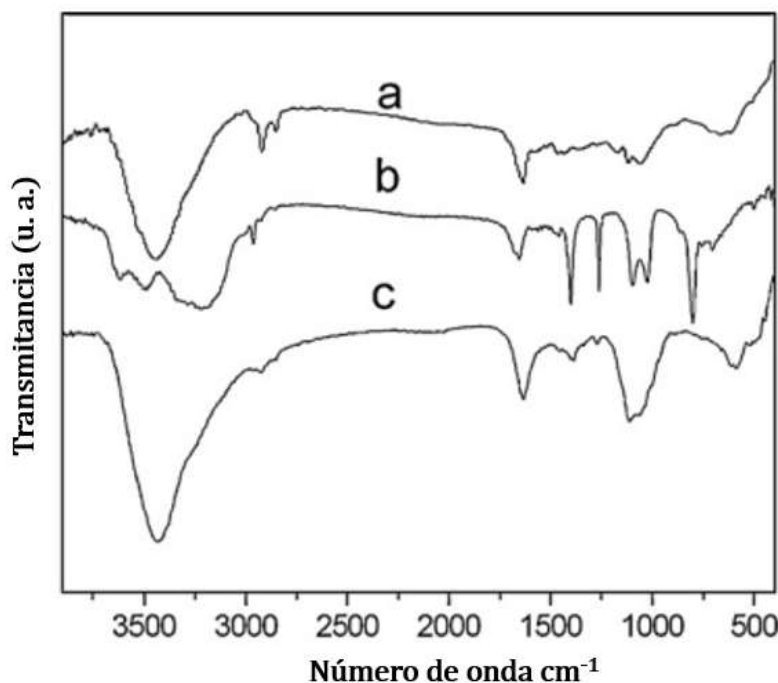


Figura A6 Espectro FTIR de nanopartículas de Fe-Ni

A5. Dispersión de luz dinámica

La dispersión de luz dinámica, conocida como DLS por sus siglas en inglés (Dynamic light scattering) es una técnica de caracterización utilizada para medir el diámetro hidrodinámico de partículas en suspensión, así como la distribución de tamaño de partícula. Cabe recalcar que esta técnica puede medir superficies de distintas morfologías. El uso de DLS es muy útil en el área de nanomateriales ya que el tamaño de estos tiene una gran influencia en su área de aplicación.

El análisis del diámetro hidrodinámico de las partículas en DLS se lleva a cabo colocando una muestra representativa en una celda de cuarzo o vidrio, que se coloca en el espectrómetro de dispersión de luz dinámica, posteriormente se hace pasar una fuente de luz láser que se

hace pasar a través de la muestra que contiene las partículas. La interacción que sucede cuando el láser incide sobre las partículas es la dispersión de la luz en distintas direcciones, en consecuencia, de la interacción con las partículas que poseen energía cinética. Estas señales son captadas por detectores que se encuentran en lugares estratégicos que capturan la luz dispersada. A consecuencia del movimiento de las partículas por el movimiento browniano, se presentan fluctuaciones en la intensidad de la luz dispersada. Un correlador recaba y analiza estas fluctuaciones para obtener información correspondiente a la velocidad del movimiento browniano de las partículas. El cálculo de diámetro hidrodinámico se lleva a cabo empleando la ecuación de Stokes-Einstein, que relaciona el movimiento browniano de la partícula con su tamaño. La medida de velocidad del movimiento browniano de las partículas es el coeficiente de difusión. A continuación, se presenta la ecuación Stokes-Einstein:

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta r}$$

donde:

D es el coeficiente de difusión

k_B es la constante de Boltzmann

T es la temperatura absoluta

η es la viscosidad del solvente,

r es el diámetro hidrodinámico de las partículas.

La información recabada por el equipo que pasa por el detector es transformada y recibida en la computadora en la que se extraen los datos utilizados en programas para obtener los gráficos correspondientes a la distribución de tamaño de partícula.

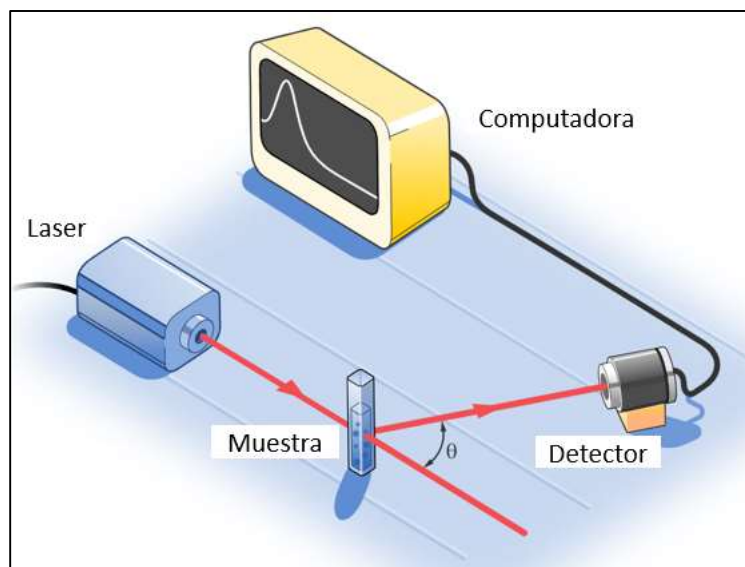


Figura A7 Esquema DLS para obtención de diámetro hidrodinámico de partícula.